

修 士 学 位 論 文

結晶組織解析に基づく多結晶金属薄板の 自由表面あれ挙動に関する研究

指導教員 笥 幸次 教授

平成 29 年 2 月 15 日 提出

首都大学東京大学院

理工学研究科 機械工学 専攻

学修番号 16883313

氏 名 佐々木 完太

学位論文要旨（修士（工学））

論文著者名 佐々木 完太

論文題名：結晶組織解析に基づく多結晶金属薄板の自由表面あれ挙動
に関する研究

本 文

多結晶金属材料を塑性変形させると、金型等と接しない自由表面の表面性状が変化する。この現象は自由表面あれと呼ばれ、塑性変形後の金属表面特性（反射性、摩擦潤滑、溶接性、粘着性等）に影響を及ぼす。さらに、表面あれによって不均一変形が生じ、金属材料の成形限界低下につながることもある。したがって、多結晶金属材料の塑性変形を扱う上で、自由表面あれ挙動を理解することは、非常に重要である。

これまで多くの研究が、この自由表面あれに関する研究に対して実験・解析の両観点から取り組んできた。塑性変形に伴う表面粗さの増加には、金属材料の結晶構造や結晶方位、ひずみ量が影響していることが実験的に明らかにされている。また、各結晶粒の結晶方位を考慮した結晶塑性モデル等を用いた研究によって、表面あれ挙動を三次元的に予測する研究が行われている。しかし、表面粗さ増加に影響を及ぼす結晶組織パラメータが明確にされていないことや、表面プロファイルおよび結晶方位やその相互作用に関する知見が不足していることなど課題は多い。

本研究では、多結晶金属の表面あれ挙動と結晶組織の関係に注目し、表面あれメカニズムを解明することを目的としている。表面あれ進展および結晶組織を2つの顕微鏡を用いることによって、両者の連続的な観察を行っている。これら連続観察結果をもとに、1. 多結晶金属薄板における塑性変形に伴う表面粗さ増加に及ぼす結晶組織の影響因子を明確にし、2. 少数結晶極薄板における表面プロファイル形成に及ぼす結晶方位の影響および結晶粒相互作用を明らかにする。

本論文は、以下の5章から構成されている。

第1章では、塑性変形に伴う多結晶金属の自由表面あれによって生じる問題点について述べ、それに関する先行研究の概要を説明している。そして、先行研究における課題を明らかにした上で本研究を位置づけ、目的およびそれに対す

るアプローチを述べている。

第 2 章では、主に材料の結晶組織を分析するにあたって必要となる基礎知識を説明している。

第 3 章では、塑性変形に伴う表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的な影響因子を調査している。塑性変形に伴う表面粗さは、相当ひずみに対して線形的に増加する。その傾きである表面あれ進展係数に影響を及ぼす結晶組織学的因子を本章で明確にする。本実験では、3 種類の異なる結晶構造を含む次の 8 種類の供試材を用いた：A1050 (fcc), A5052 (fcc), A2024 (fcc), C1220 (fcc), C5191 (fcc), SUS304 (fcc), SPCC (bcc), AZ31 (hcp)。本実験では、SEM-EBSD によって広範囲の結晶組織を解析し、共焦点レーザー顕微鏡によって表面性状観察および表面粗さ測定を行った。単軸引張り下において、塑性変形中の途中止め試験を複数回行い、各材料の結晶組織変化および表面粗さ変化を連続的に観察した。

このような観察結果に基づき、表面あれ進展係数に及ぼす結晶組織学的影響因子を以下の 4 つに注目して、考察している。1 つ目は、初期の結晶方位分布によって生じる各結晶粒の強度差に注目し、シュミット因子のばらつきの影響を調査した。2 つ目は、ホール・ペッチ効果に基づき、結晶粒径分布によって生じる各結晶粒の強度差の影響を調査した。3 つ目は、材料ごとに初期結晶方位の配向性、つまり集合組織に違いが見られたため、集合組織強度の観点から調査した。4 つ目は、塑性変形に伴う結晶粒の回転に注目し、結晶組織の変化からその影響を調査した。

第 4 章では、塑性変形に伴う表面あれ進展メカニズムを結晶粒の変形挙動および結晶方位分析に基づいて調査している。多結晶材料の表面あれ挙動は、三次元的な相互作用が生じ、非常に複雑である。そこで、本実験では板厚方向に結晶粒が 1 層で下層からの影響がなく、周囲の結晶粒の相互作用のみを考えることができる少数結晶試料を用いた。A5052 の少数結晶試験片を用いて、試験片全体の結晶組織解析および表面あれ進展の観察を行った。試験片全体を観察することによって、結晶粒のすべり線レベルの微視的変形挙動と巨視的な表面プロファイルに関連付けることができる。また、表面あれ挙動の観察において、レーザー顕微鏡下に小型単軸引張試験機を設置し、その場観察を行った。それによって、塑性変形初期からの結晶粒の三次元的変形挙動を観察することができる。結晶粒の三次元的変形挙動および結晶方位に関連付けることによって、表面あれプロファイル形成のメカニズムを考察している。さらに、標点間内の結晶粒の数を変えることによって、隣接する結晶粒同士の相互作用も調査し、さらに多結晶材料と比較して下層の影響に関しても触れている。

第 5 章では、結晶組織および表面あれ挙動の連続観察によって得られた知見をまとめ、残された研究課題を整理するとともに本研究の展望を述べている。

【目 次】

第1章 緒 言

1.1 はじめに.....	1
1.2 塑性変形に伴う自由表面あれ	1
1.3 自由表面あれに関する先行研究および先行研究の課題	3
1.4 本研究の目的および位置づけ	6
1.5 本論文の構成.....	6

第2章 理 論

2.1 SEM-EBSD.....	8
2.2 すべり系.....	8
2.3 シュミット因子.....	10
2.4 極点図.....	11
2.5 逆極点図.....	12

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

3.1 はじめに.....	13
3.2 供試材.....	13
3.3 実験方法.....	15
3.3.1 結晶組織解析	15
3.3.2 表面あれ進展観察および表面粗さ測定	15
3.3.3 単軸引張試験	15
3.3.4 塑性ひずみ計算	15
3.3.5 結晶組織および表面あれ挙動の連続観察	16
3.4 多結晶金属材料の結晶組織および表面あれ挙動	19
3.4.1 各材料の結晶組織	19
3.4.2 各材料の表面あれ挙動	23

3.5 表面あれ進展係数に及ぼす結晶組織学的影響因子	32
3.5.1 表面あれ進展係数に及ぼす結晶方位分布の影響	31
3.5.2 表面あれ進展係数に及ぼす結晶粒径分布の影響	39
3.5.3 表面あれ進展係数に及ぼす結晶回転の影響	44
3.6 まとめ	47

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶方位の影響

4.1 はじめに	48
4.2 供試材	48
4.3 実験方法	52
4.3.1 結晶組織解析	52
4.3.2 自由表面あれ観察	52
4.3.3 単軸引張試験	52
4.4 少数結晶材料の結晶組織および自由表面あれ挙動	54
4.4.1 少数結晶材料の結晶組織	48
4.4.2 少数結晶材料における自由表面あれ挙動	65
4.4.3 表面プロファイル形成に及ぼすシュミット因子分布の影響	82
4.4.4 活動すべり系の特定	84
4.4.5 表面あれ進展メカニズム	93
4.5 メカニズム追記	105
4.6 まとめ	108

第5章 結言

表面あれ進展係数に及ぼす結晶組織学的影響因子	109
表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響	110

参考文献	111
------------	-----

第 1 章 緒 言

第1章 緒言

1.1 はじめに

多結晶金属材料を塑性変形させると、金型等と接しない自由表面の表面性状が変化する。この現象は自由表面あれと呼ばれ、塑性変形後の金属表面特性（反射性、摩擦潤滑、溶接性、粘着性等）に影響を及ぼす。さらに、表面あれによって不均一変形が生じ、金属材料の成形限界低下につながることもある。したがって、多結晶金属材料の塑性変形を扱う上で、自由表面あれ挙動を理解することは、非常に重要である。

これまで多くの研究が、この自由表面あれに関する研究に対して実験・解析の両観点から取り組んできた。塑性変形に伴う表面粗さの増加には、金属材料の結晶構造や結晶方位、ひずみ量が影響していることが実験的に明らかにされている。また、各結晶粒の結晶方位を考慮した結晶塑性モデル等を用いた研究によって、表面あれ挙動を三次元的に予測する研究が行われている。しかし、表面粗さ増加に影響を及ぼす結晶組織パラメータが明確にされていないことや、表面プロファイルおよび結晶方位やその相互作用に関する知見が不足していることなど課題は多い。

本研究では、多結晶金属の表面あれ挙動と結晶組織の関係に注目し、表面あれメカニズムを解明することを目的としている。表面あれ進展および結晶組織を2つの顕微鏡を用いることによって、両者の連続的な観察を行っている。これら連続観察結果をもとに、1. 多結晶金属薄板における塑性変形に伴う表面粗さ増加に及ぼす結晶組織の影響因子を明確にし、2. 少数結晶極薄板における表面プロファイル形成に及ぼす結晶方位の影響および結晶粒相互作用を明らかにする。

1.2 塑性変形に伴う自由表面あれ

金属材料を塑性変形させると金型や工具と接していない自由表面では、変形に伴い表面が凹凸化する「自由表面あれ」という現象が発生し、材料の表面粗さが増大する（**Fig. 1.1**）。この自由表面あれは美観を損ね、反射性、摩擦潤滑や凝着など表面特性に悪影響を及ぼすことがある。また、変形後の精度にも大きな影響を及ぼす因子である。また見方を変えれば自由表面あれは、板厚に厚い部分と薄い部分といった不均一さを増大させると捉えられる。仮に表面の仕上げ状態が極めて良好な板であっても、これに変形を与えると表面あれが生じ、変形の途中段階ではもはや板厚は均一ではなくなり、板厚の厚い凸部と薄い凹部とが混在することになる。つまり、表面あれは製品の美観などを損ねるばかりでなく、板厚が薄い場合には成形限界を低下させる原因にもなる。したがって、多結晶金属の塑性変形を扱う上で、自由表面あれ挙動を理解することは、非常に重要である。

また、金型および材料の表面性状はどんなにきれいに仕上げたとしても、必ず凹凸という幾何学的形状を有しており、この表面性状を数値で表したものが表面粗さである。表面性状は塑性加工品の機密性、摩擦潤滑や接着性、破壊、美観などに直接影響を及ぼし、製品の機

第1章 緒言

能に大きく関わりを持っている。また、寸法の微小化に伴って表面粗さ形状は全体の寸法形状に占める割合が大きくなり、それに従い表面粗さ形状が持つ影響も相対的に大きくなり、各種加工において成形限界により大きな影響を及ぼすことが考えられる。

例えば板材成形においては、材料の表面凹凸の板厚に対する割合が、寸法の微小化(薄肉化)に伴って大きくなり、板厚の不均一性と見なす事ができる。この表面凹凸による板厚の不均一性に起因した成形限界の評価はすでに山口らによって報告されている¹⁾。

近年は電化製品、医療、バイオ、通信、情報などの分野における日常生活に関わる多種多様な製品において小型化、省スペース化への要求が高まってきており、マイクロ塑性加工技術がより微細化、精密化を目指している以上、寸法の微小化に伴う表面粗さ形状の影響は一層大きくなっていくことが予想される (Fig. 1.2)。

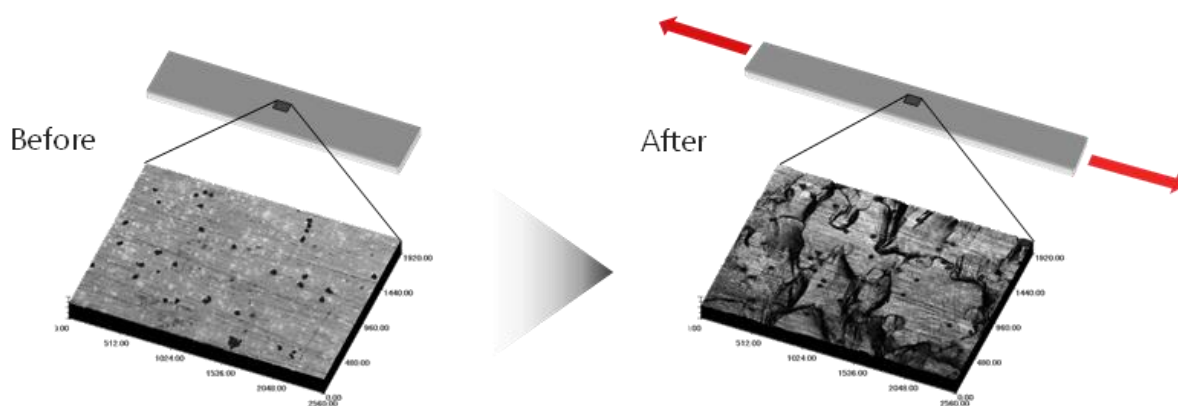


Fig. 1.1 Free surface roughening evolution

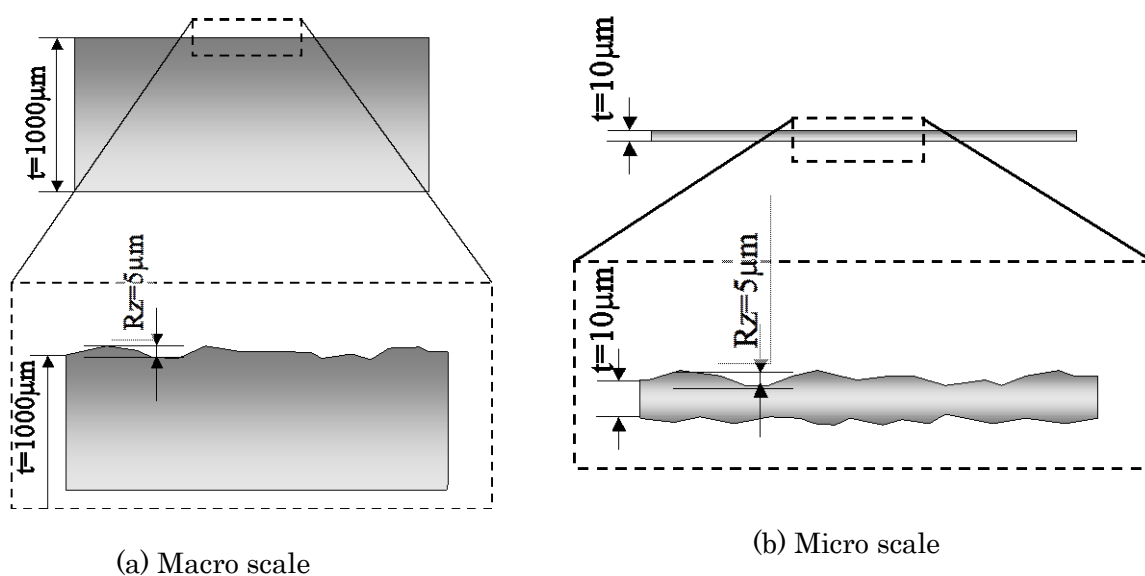


Fig. 1.2 Difference of surface roughness in macro and micro scale

第1章 緒言

1.3 自由表面あれに関する先行研究および先行研究の課題

自由表面あれ挙動に関しては、これまでに様々な実験的・解析的研究が行われてきた。塑性変形に伴う表面あれの表面粗さ R は、

$$R = c \cdot d \cdot \varepsilon + R_0 \quad (1)$$

で表すことができる^{2),3),4),7)}。ここで、 c は材料定数、 d は平均結晶粒径、 ε はひずみ、 R_0 は初期表面粗さを表す。Fig. 1.3 の直線の傾きが $c \cdot d$ である。

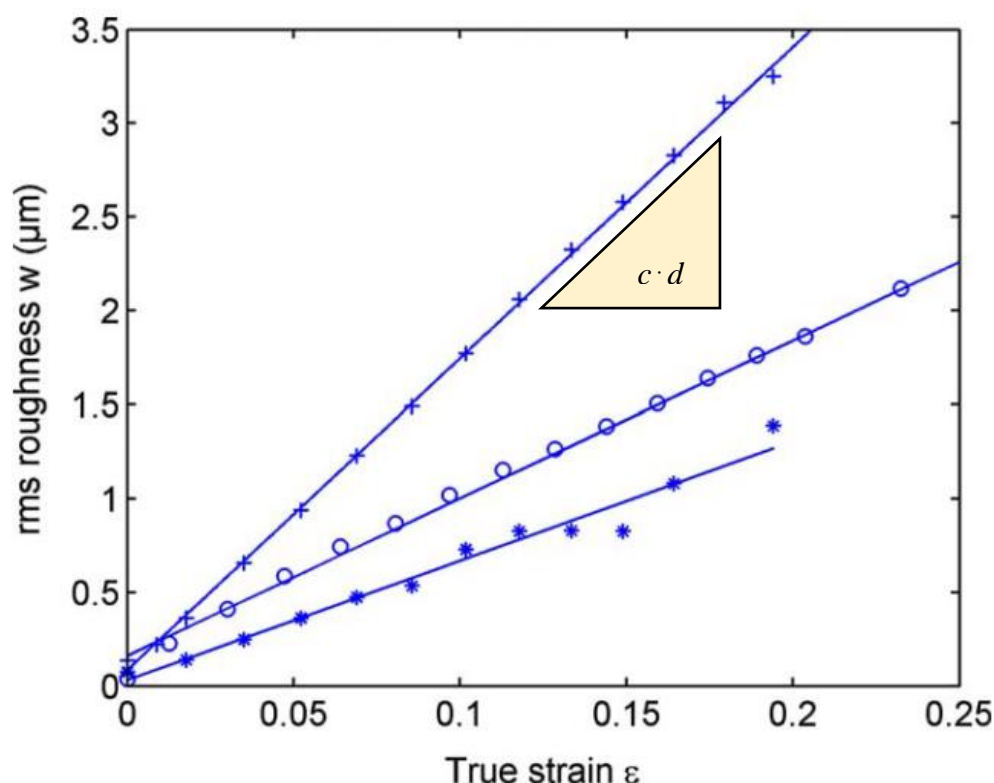


Fig. 1.3 Surface roughness vs. strain

宮川らは、立方体方位の集合組織を有する銅板を用いて引張試験を行い、Taylor による多結晶体の引張変形による結晶回転のモデルを用いて集合組織が表面粗さの増加に影響を及ぼしていることを示した⁵⁾。小坂田らは材料定数 c に及ぼす結晶構造の影響を明らかにし、すべり系の少ない金属ほど表面粗さの増加割合は大きくなることを示した⁶⁾。これは、すべり系が少ない結晶粒の場合、隣接する結晶粒とのすべり変形に対する抵抗力の差が大きくなるためである。Wilson らは、相当ひずみが 0.5 を超える二軸引張変形では、線形関係が成立しないことを示した⁷⁾。Wouters らは、Al-Mg 合金の引張変形中の表面あれ挙動を観察し、そのあれ方は亜結晶粒スケールのあれと結晶粒スケールのあれの組み合わせで生じていることを明らかにし、さらにそのあれは隣接する結晶粒の結晶方位の違いによって生じている可能性を示唆した⁹⁾。Cai らは、台形の形状をした試験片を用いることによって、意図的

第1章 緒言

に試験片に連続的なひずみ分布を与え、ひずみ分布と表面粗さの関係を明らかにした¹⁰⁾。

塑性変形に伴う表面粗さの増加メカニズムに関する研究は、解析的にも多く行われている。Zhao らは、結晶塑性論に基づき各結晶粒の結晶方位を考慮した有限要素モデルを考案し、優先方位と表面あれ挙動の関係を明らかにした¹¹⁾。古島、増田らは、単軸引張りにおける表面粗さ増加の傾きに注目し、これを材料の不均質パラメータとして反映させることによって、複雑な計算を用いずかつある程度の精度を有する実用的な 3 次元有限要素モデルを考案した。さらに、実際の自由表面あれ挙動の測定・観察結果と解析結果を定量的、定性的に比較することによって提案したモデルの妥当性、適用条件、有用性を示した¹²⁾。

また、自由表面あれは多結晶材料の個々の結晶粒の複雑な変形挙動と密接に関係している。そのため、表面あれと結晶粒の関係を実験的に調査した研究も多くある。Wittridge らはアルミニウム合金において、表面あれと集合組織の関係を調査し、うねり模様の表面あれは、うねり模様と平行に伸びた帯状の集合組織が原因であり、それがひずみの局所化につながることを明らかにした¹³⁾。清水らは、単軸引張変形に伴う自由表面あれ形状と個々の結晶粒の関係を調査し、自由表面あれの凹凸と結晶粒の位置関係が変化しないことから、表面あれの凹凸が結晶粒の相対的な表面法線方向の回転と変形に関連して形成されていることを示した¹⁴⁾。Wouters らは、表面あれにはシュミット因子が影響していることを示し、特に表層の結晶粒だけでなく下層の結晶粒のシュミット因子も大きく影響することを示した。さらに、ある点の横断面のシュミット因子の累積が大きいとき、表面にくぼみを生じる可能性を提示した⁷⁾。Stoudt らは、アルミニウム合金の多結晶材料を用いて、レーザー顕微鏡下でその場観察を行い、結晶方位と表面プロファイルの関係を調査した結果、テイラー因子の差が大きい結晶粒界の三重点で大きな表面の変位が観察されたことを報告した。しかし、表面あれ挙動とテイラー因子の相関において、信頼性の高い情報は得られなかったことから、下層の結晶粒や各結晶粒の個々のすべり系の活動、結晶粒のつらなった変形が表面あれ挙動に影響を及ぼしている可能性を示した¹⁵⁾。さらに、Romanova らは結晶塑性モデルの解析結果とその場観察の両者の結果から、最小の面外変形は結晶粒内の転位運動によって生じ、比較的大きい面外変形は、結晶粒の運動によって生じ、最も大きい面外変形は結晶粒のグループがつらなって変形して生じるという 3 種類の面外変形挙動を明らかにした¹⁶⁾。

このように多結晶金属の表面あれ挙動は、周辺結晶粒、下層の結晶粒の相互作用が絡み合い、非常に複雑で難解である。そのため、近年では少数結晶試験片 (Fig. 1.4) を用いた実験や結晶塑性解析に注目が集まっている¹⁷⁾⁻²²⁾。少数結晶試験片は、結晶粒スケールのマイクロな挙動をマクロな挙動で観察することができるようになる。Zhao らは、板厚方向に結晶粒が一層の少数結晶アルミニウム試験片を用いて、塑性ひずみの局所化、表面あれ現象の原因を調査した結果、結晶粒の凹凸と微視組織がひずみの局所化に大きな影響を及ぼしていることを報告している²¹⁾。以上の先行研究は、Fig. 1.5 のように大別できる。

しかし、上記の先行研究から、表面あれメカニズム解明という視点では、個々の結晶粒の結晶方位や周囲の結晶粒との相互作用を考慮した上で、結晶粒の変形挙動を時々刻々と観

第1章 緒言

1.4 本研究の位置づけ

先行研究においては、巨視的挙動における表面あれ進展係数 c に及ぼす影響因子が定量的に明確にされていないことや、微視的挙動でより詳細な結晶学的知見が不足していることが課題として挙げられる。さらに、これらの研究は個々の影響因子は調査されているものの、体系的にはまとめられていない。そのため、表面あれメカニズムはいまだに解明されていない。したがって、本研究は不足している知見を補うと共に、表面あれや結晶組織の微視的挙動と巨視的挙動をつなげる必要がある。

本研究では、多結晶金属の表面あれ進展と微視組織の関係に注目して、表面あれのメカニズムを解明することを目的としている。この目的を達成するために、レーザー顕微鏡と SEM-EBSD の 2 つの顕微鏡を用いた、表面あれと微視組織の連続観察法を確立した。この観察から、表面粗さ増分である表面あれ進展係数 c に及ぼす結晶組織学的影響因子と表面の凹凸形成に及ぼす結晶方位の影響の 2 つの観点から、考察している。

1.5 本論文の構成

本論文は、以下の 5 章から構成されている。

第 1 章では、塑性変形に伴う多結晶金属の自由表面あれによって生じる問題点について述べ、それに関する先行研究の概要を説明している。そして、先行研究における課題を明らかにした上で本研究を位置づけ、目的およびそれに対するアプローチを述べている。

第 2 章では、主に材料の結晶組織を分析するにあたって必要となる基礎知識を説明している。

第 3 章では、塑性変形に伴う表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的な影響因子を調査している。塑性変形に伴う表面粗さは、相当ひずみに対して線形的に増加する。その傾きである表面あれ進展係数に影響を及ぼす結晶組織学的因子を本章で明確にする。本実験では、次の fcc 構造を有する 6 種類の供試材を用いた：A1050, A5052, A2024, C1220, C5191, SUS304。本実験では、SEM-EBSD によって広範囲の結晶組織を解析し、共焦点レーザー顕微鏡によって表面性状観察および表面粗さ測定を行った。単軸引張り下において、塑性変形中の途中止め試験を複数回行い、各材料の結晶組織変化および表面粗さ変化を連続的に観察した。

このような観察結果に基づき、表面あれ進展係数に及ぼす結晶組織学的影響因子を以下の 3 つに注目して考察している。1 つ目は、初期の結晶方位分布によって生じる各結晶粒の強度差に注目し、シュミット因子のばらつきの影響を調査した。2 つ目は、ホール・ペッチ効果に基づき、結晶粒径分布によって生じる各結晶粒の強度差の影響を調査した。3 つ目は、塑性変形に伴う結晶粒の回転に注目し、結晶組織の変化からその影響を調査した。

第 4 章では、塑性変形に伴う表面あれ進展メカニズムを結晶粒の変形挙動および結晶方位分析に基づいて調査している。多結晶材料の表面あれ挙動は、三次元的な相互作用が生じ、

第1章 緒言

非常に複雑である。そこで、本実験では板厚方向に結晶粒が1層で下層からの影響がなく、周囲の結晶粒の相互作用のみを考慮することができる少数結晶試料を用いた。A5052の少数結晶試験片を用いて、試験片全体の結晶組織解析および表面あれ進展の観察を行った。試験片全体を観察することによって、結晶粒のすべり線レベルの微視的変形挙動と巨視的な表面プロファイルに関連付けることができる。また、表面あれ挙動の観察において、レーザー顕微鏡下に小型単軸引張試験機を設置し、その場観察を行った。それによって、塑性変形初期からの結晶粒の三次元的変形挙動を観察することができる。結晶粒の三次元的変形挙動および結晶方位に関連付けることによって、表面あれプロファイル形成のメカニズムを考察している。さらに、標点間内の結晶粒の数を変えることによって、隣接する結晶粒同士の相互作用も調査している。第5章では、結晶組織および表面あれ挙動の連続観察によって得られた知見をまとめ、残された研究課題を整理するとともに本研究の展望を述べている。

第 2 章 理 論

第2章 理論

2.1 SEM-EBSD

金属やセラミックスをはじめとする結晶性材料は、原子や分子三次元空間内に規則的に配列して構成されている。EBSD(Electron Back Scatter Diffraction)法とは、この結晶方位に基づいた組織観察法で、SEM 内で試料表面の 1 点に電子線を入射させて生じる反射電子解析模様、すなわち EBSP (Electron Back Scattering Pattern) と呼ばれる Kikuchi 線の一種を用いて、サブミクロンレベルの結晶粒の結晶方位や相同定をする方法である。

SEM による試料表面観察や試料全体の平均的な配向を調べる X 線解析等よりも多くの情報が得られる。Kikuchi 線解析図形を用いることで、最小 0.1° 程度の正確な方位測定ができるので、材料のミクロ組織を再現でき、さらに、注目したい局所領域の結晶方位を正確に得られる利点がある。また、強加工を施されたひずみが散在する材料や、多数の格子欠陥を含む材料でも、適用が可能である。

SEM 中で試料を約 70° 傾斜させ電子線を走査する。照射電子は試料中の結晶格子で回折現象が起き、試料表面からドーム状に EBSP がひろがる。EBSP とは、反射解析によって得られる Kikuchi 線のことである。これを蛍光スクリーンに投影・可視化し画像として取り込み、ブラックの式を利用して処理する。これを Hough 変換法によりバンドの検出を行い、バンド間の角度とあらかじめ結晶データとして与えておいた結晶面間の角度を比較し検出したバンドのミラー指数付けを決定する。バンドの指数に基づいて結晶方位を算出する。

なお、EBSP は試料表面近傍で回折された電子線で、試料や加速電圧にもよるが、その深さは 15kV の加速電圧で 20-30nm に過ぎない。そのため、試料表面の状態に非常に敏感であり、表面のダメージ（結晶の乱れ）やコンタミネーション等に対して注意が必要である。

2.2 すべり系

金属の塑性変形はほとんどの場合すべりによって起こる。金属の結晶を引張り、特定の結晶面に沿って特定の方向にせん断応力が作用すると、上下に重なった原子面が互いにすべりを起こして塑性変形する。すべりを起こす面はすべり面と呼ばれ、原則として原子が最も密に詰まっており、面間隔の最も広い面である。すべりを起こす方向は例外なく結晶格子中で原始が最も接近して並んでいる方向であり、この方向をすべり方向という。すべり面とすべり方向を組み合わせるとすべり系という。

Fig. 2.1 に A5052, C1220, Fig. 2.2 に SPCC のすべり系を示す。A5052, C1220 は FCC のため、すべり系は $\{111\}\bar{1}11$ であり、全部で 12 通りのすべり系が存在する。SPCC は BCC のため、すべり系は $\{011\}\langle 11\bar{1} \rangle$, $\{112\}\langle 11\bar{1} \rangle$, $\{123\}\langle 11\bar{1} \rangle$ の 3 種類であり、全部で 48 通りのすべり系が存在する。 $\{011\}\langle 11\bar{1} \rangle$ が最も重要なすべり系である。AZ31 は HCP のため、すべり系は $\{0001\}\langle \bar{1}120 \rangle$ であり、全部で 3 通りのすべり系がある。すべり変形において、優先的に活動するすべり系を主すべり系といい、それ以外に活動するすべり系を 2 次すべり系という。2 次すべり系以上のすべり系が活動することを多重すべりという。

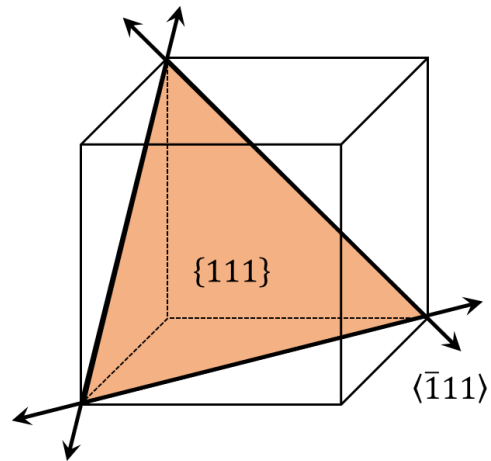


Fig. 2.1 Slip system of FCC

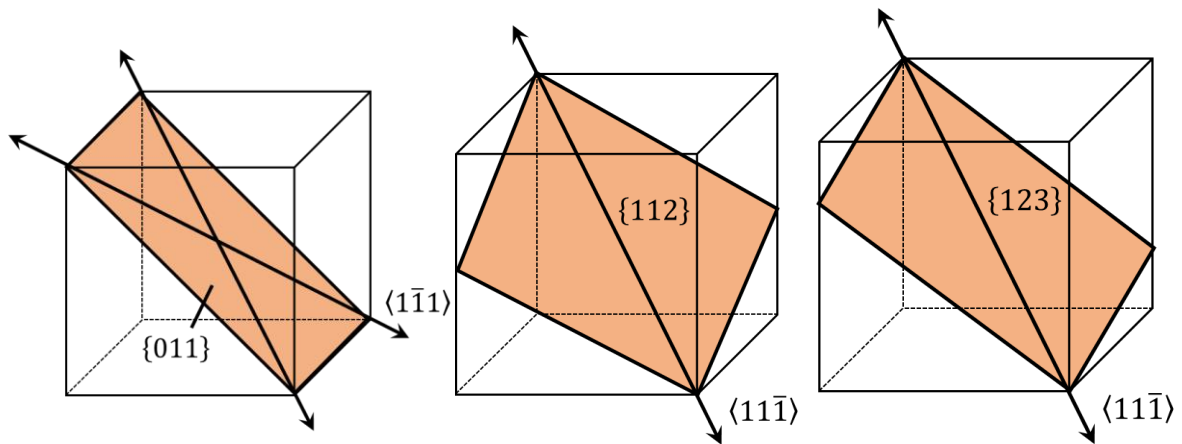


Fig. 2.2 Slip system of BCC

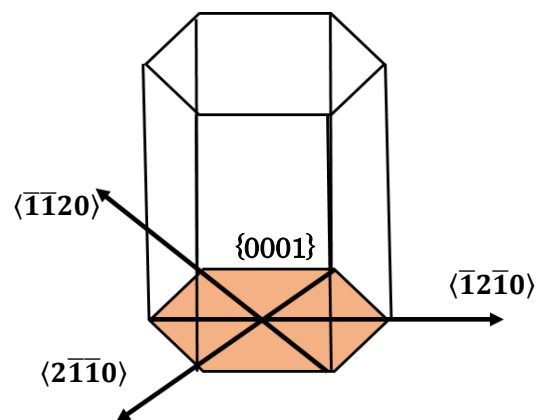


Fig. 2.2.3 Slip system of HCP

第2章 理論

2.4. シュミット因子

金属のすべりはすべり面に作用するせん断応力によって生ずる。Fig. 2.4 に示すように、引張力 P が作用している断面積 A の単結晶を考えて、すべり面の法線すなわち結晶方位と引張軸のなす角度を φ 、すべり方向と引張軸のなす角度を λ とする。幾何学的関係から、加えた力のすべり方向への分力は $F\cos\lambda$ 、すべり面の面積は $A/\cos\varphi$ であるから、すべり面上ですべり方向に働く分解せん断応力 τ は、次式のようになる。

$$\tau = \frac{F\cos\lambda}{A/\cos\varphi} = \sigma\cos\lambda\cos\varphi$$

ここで、 σ は作用している垂直応力 F/A であり、 $\cos\lambda\cos\varphi$ をシュミット因子という。シュミット因子は加えられた応力が、どれくらいの比率ですべり面に働くかを示す因子であり、すべり面、すべり方向と垂直応力の幾何学的な関係のみで定義される。式(1.1)からわかるように、シュミット因子の最大値は 0.5 で、大きいほどその面はすべり変形を起こしやすい。 τ がある臨界分解せん断応力（CRSS）に達するとその面ですべり変形が始まる。これをシュミットの法則といい、CRSSは多結晶材の降伏応力に相当する。シュミットの法則は複数存在するすべり系において、シュミット因子が最大のすべり系を主すべり系とするため、多数のすべり系を有する BCC 構造の金属では、この法則が成り立たないことがある。

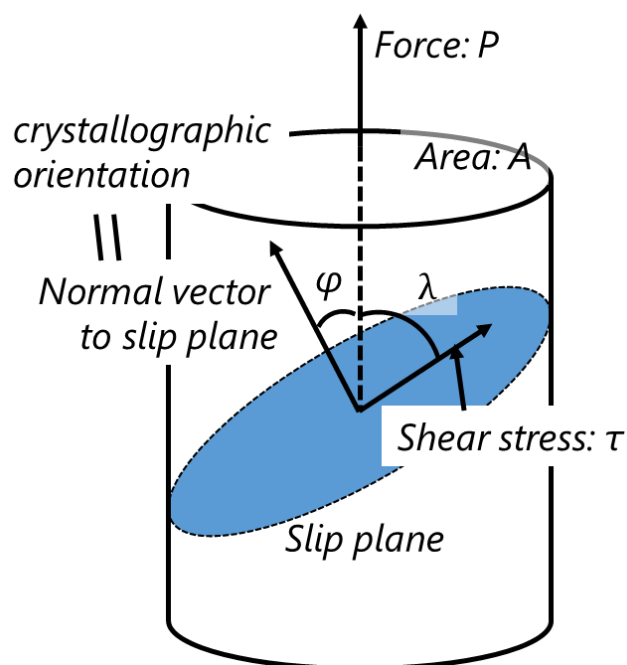


Fig. 2.4 Schematic illustration of Schmid factor

第2章 理論

2.5 極点図

極点図は、特定の結晶面（等価なすべての面を含む）に注目し、その面の法線方向（立方晶における結晶方位）が試料座標系に対してどのように配向しているかをステレオ投影上にプロットして表し、それらの面と試料座標系との関係を示す。したがって、特定の結晶面が試料のどの方向に配向しているかを極点図から読み取ることができる。

例えば、Fig. 2.5 (a)に示す $\{110\}$ 極点図のA面は、 $\{110\}$ がRDを向いた状態からTDに 45° 傾いた状態となるので、 $\{110\}$ は Fig. 2.5 (b)に示す向きになる。同様に、Fig. 2.5 (a)に示す $\{110\}$ 極点図のB面は、 $\{110\}$ がRDを向いた状態からNDに 90° 、TDに 45° 傾いた状態となるので、 $\{110\}$ は Fig. 2.5 (c)に示す向きになる。実際は、プロットされる点が多いため、Fig. 2.5 のように等高線表示される。

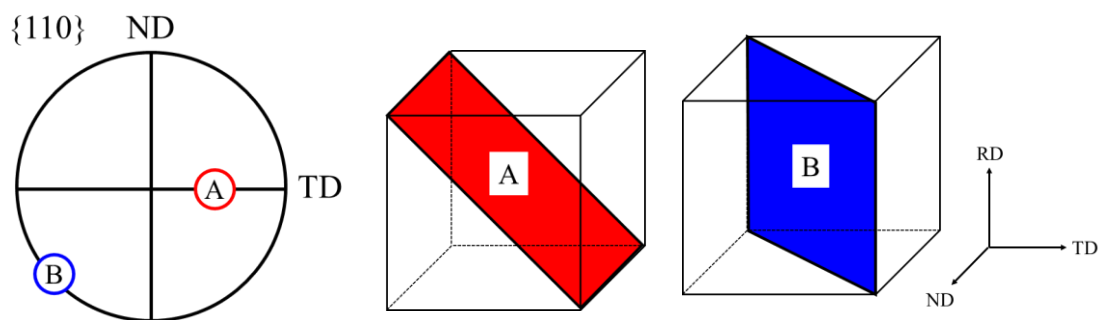


Fig. 2.5 (a) Schematic pole figure (b) Arrangement of A plane (c) Arrangement of B plane

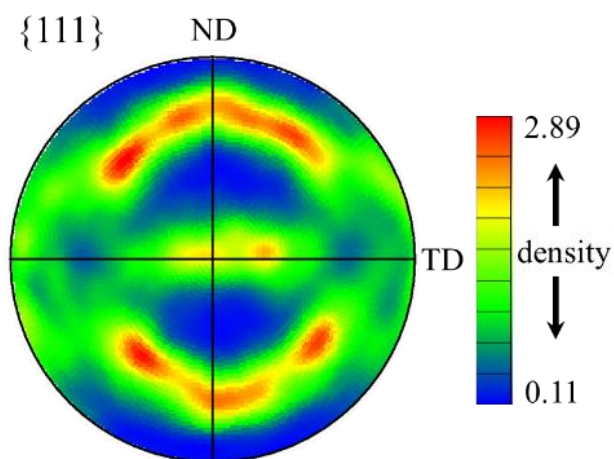


Fig. 2.6 Counter display of pole figure

第2章 理論

2.6 逆極点図

逆極点図は、試料座標系の特定の方向に注目し、どの結晶面の法線方位（立方晶における結晶方位）がその方向に向いているかを表す。逆極点図では、どの結晶面がより多く試料の指定した面と平行になっているといった配向性を読み取ることができる。

対象の試料方向を法線とする結晶面のミラー指数を求め、標準ステレオ投影図にプロットする。このステレオ投影図は24個の等価な三角形が含まれているため、最小範囲の1つを取り出して表示する。これを標準ステレオ三角形 (Fig. 2.7) ²⁴⁾ と呼ぶ。立方晶では結晶面と同じミラー指数を持つ結晶方位はその結晶面の法線になっている。極点図と同様に、1つの逆極点図では結晶の方位を完全に表現することはできない。例えば、Fig. 2.7 に示すように2つの結晶格子の方位の違いを考えると、これらはいずれも、ND（紙面に垂直、Z）方向には(111)面方位が向いており、その<111>軸周りに回転している関係である。これをND逆極点図上にプロットすると、Fig. 2.8のND逆極点図のようにどちらも(111)として同じ方位を示すことになってしまう。しかし、RD方向の逆極点図で示すとこの2つの格子の方位が異なることが分かる。

また、この逆極点図に基づいて作成された結晶方位マップがIPFマップであり、方向を指定して、Fig. 2.10のように表される。

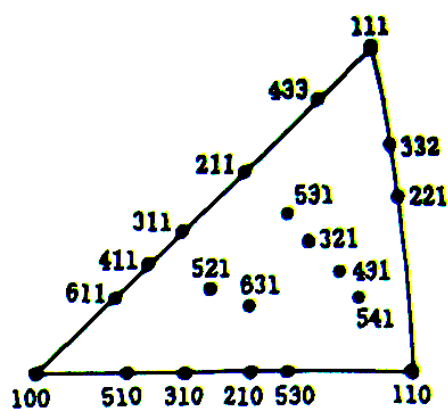


Fig. 2.7 Stereographic triangle

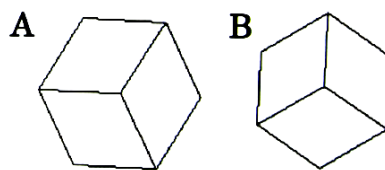


Fig. 2.8 Difference in crystal lattice

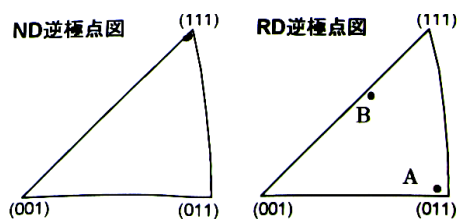


Fig. 2.9 Inverse pole figure to ND and RD

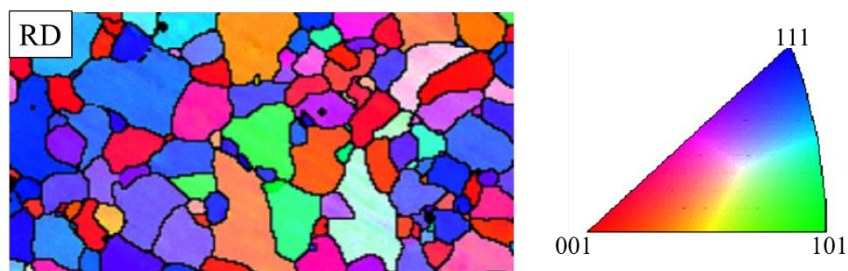


Fig. 2.10 IPF map to RD

第 3 章

表面粗さ増加に及ぼす

結晶組織学的影響因子

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

3.1 はじめに

多結晶金属材料の表面粗さは、ひずみの増加にともなって線形的に増加する。その傾きには、結晶組織が重要な影響を及ぼしている。本章では、表面粗さ増加の傾きである表面あれ進展係数に及ぼす結晶組織学的な影響因子を一つ一つ調査し、表面あれ進展に重要な役割を果たす影響因子を解明する。

3.2 供試材

供試材には、板厚 0.5 mm の Al-Mg 系アルミニウム合金 A5052P-O, 純アルミニウム A1050P-O, Al-Cu 系アルミニウム合金 A2024P-T3, りん脱酸銅 C1220P-O, りん青銅 C5191P-H, オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の 6 種類を用いた。これら圧延材から、マシニングまたは放電化加工によって試験片の形状に切り出した。その際、試験片の長手方向が圧延方向と一致するように切り出した。試験片の外観および寸法を Fig. 3.1, Fig. 3.2 に示す。試験片は、EBSD 観察ホルダーに取り付けられるよう、お米 4 つ分程度の大きさのものを用いた。この寸法は、JIS 規格 13 号 A の 20 分の 1 スケールを使用している。標点間距離は 4 mm である。

SUS304 および C5191 は圧延材が H 材であったため、残留ひずみを除去するために焼きなまし処理を施した。SUS304 は温度 1160°C、保持時間 1 h で処理を施した。C5191 は、温度 350°C、保持時間 1 h で処理を施した。

各材料の試験片は、EBSD によって結晶組織解析を行うため、研磨処理を施している。A5052, A1050, A2024, SUS304 は、自動研磨機（丸本ストルアス社, S5629 または MA-200D ムサシノ電子社, MA-200D）を用いてエメリー研磨紙#2400 で研削し、3 μ m ダイヤモンド琢磨で鏡面仕上げした後、電解研磨を行った。電解研磨液には、過塩素酸とエタノールを 4:45 で混合したものを用いた。電解研磨条件は、電圧 8 V、電流 0.1 mA 程度、温度 10°C 程度で 20 ~ 30 秒間行った。C1220, C5191 は、エメリー研磨紙#1200, #2400 で研削し、3 μ m ダイヤモンド琢磨で鏡面仕上げした後、コロイダルシリカで最終仕上げを行った。さらに、表面の細かな傷やひずみを除去するためにイオンリング処理を 6kV, 100 μ A で 3 時間行った。

試験片の変形前後で同一領域を観察するために、硬さ試験機 MVK-H2（Akashi 製）を用いて、あらかじめ 4 つの圧痕を目印として付け、矩形観察領域を指定した。目印の圧痕は、押し込み荷重 0.25[N], 押し込み保持時間 20 [s] で付けた。

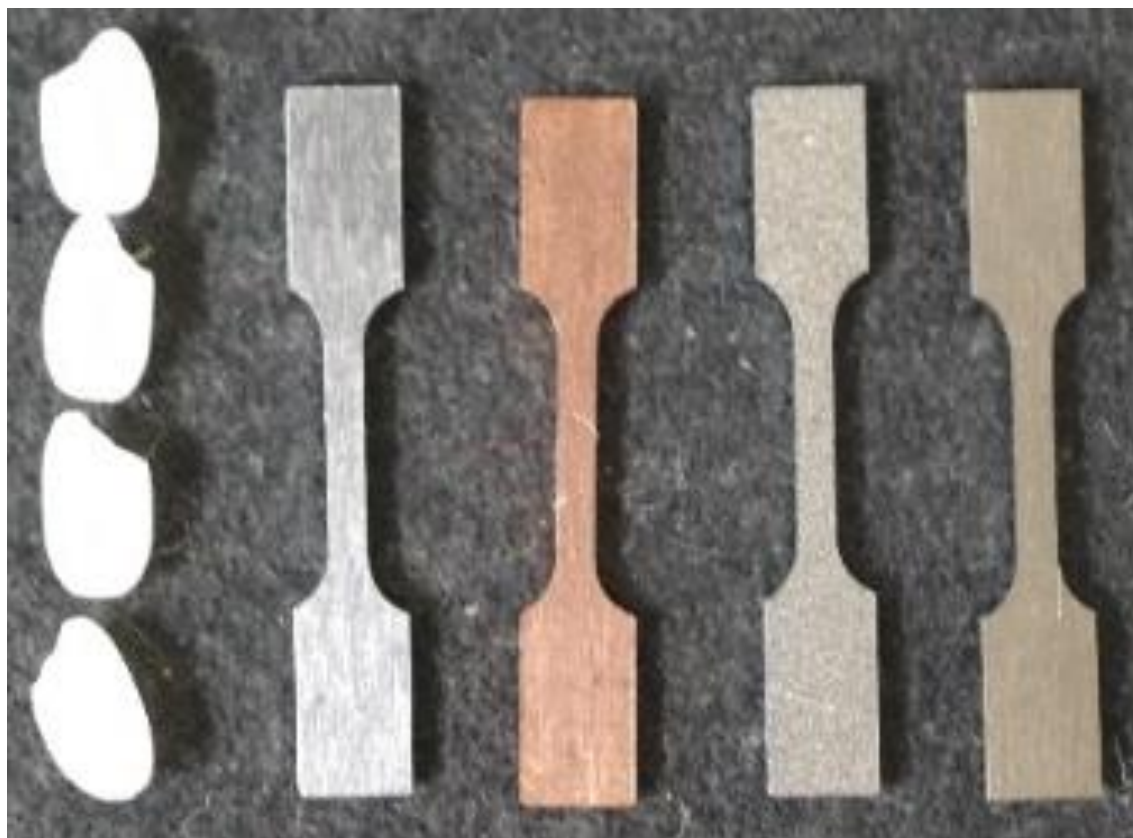


Fig. 3.1 Appearance of micro uni-axial tensile specimen

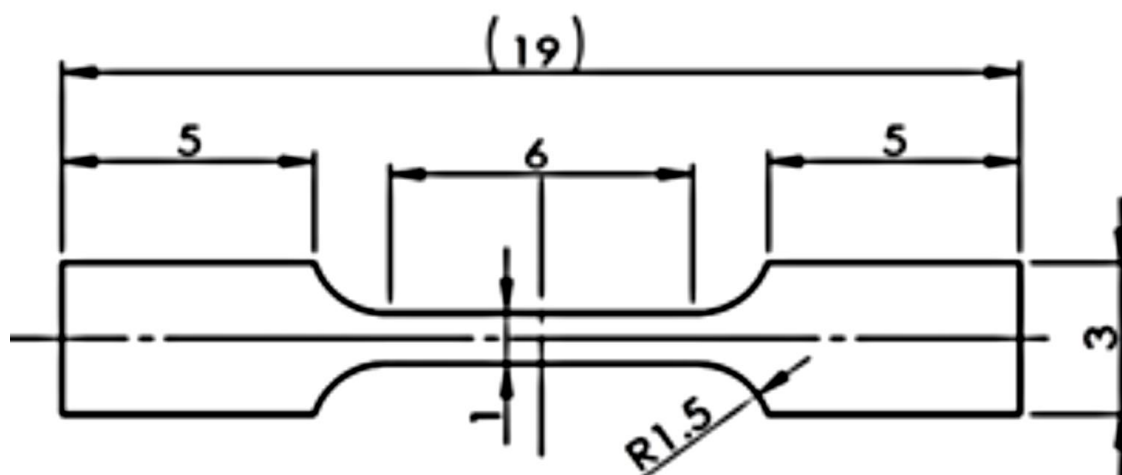


Fig. 3.2 Appearance of micro uni-axial tensile specimen

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

3.3 実験方法

3.3.1 結晶組織解析

微視組織観察および結晶方位分析は、走査電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope, 以下 SEM, 日立社 S-3700N）と後方散乱回折（Electron Backscattered Diffraction, 以下 EBSD）装置（OXFORD INSTRUMENTS 社）を用いた。EBSD 用の解析ソフトには、CHANNEL5（OXFORD INSTRUMENTS 社）を用いた。観察は、加速電圧 15 kV または 20 kV, 照射電流 70 ~ 90 μ A, 絞り 2 または 3, プローブ電流 90 μ A で行った。

3.3.2 表面あれ進展観察および表面粗さ測定

表面あれ観察および表面粗さ測定は、共焦点レーザー顕微鏡 VK-X100（キーエンス社）によって行い、マルチ解析アプリケーション、解析アプリケーション（キーエンス社）を用いて分析を行った。倍率は、50 倍で観察を行った。本レーザー顕微鏡で、対物レンズ 50 倍で観察を行った場合、高分解能で観察が可能である代わりに局所的な範囲しか一度にスキャンすることはできない。しかし本実験では、統計的なデータを必要とするため、高範囲の観察が必要である。そこで、レーザー顕微鏡に電動 X-Y ステージを取り付け、数十枚の画像を連続してスキャンし、その後画像連結アプリケーション（キーエンス社）を用いて、一枚の画像に連結している（Fig. 3.3）。レーザー顕微鏡によってスキャンしたデータに対し、傾き補正、うねり除去、ノイズ除去処理を施し、表面粗さを測定した。表面粗さのパラメータには面粗さの算術平均粗さを用いた。

3.3.3 単軸引張試験

引張試験は、引張試験機 Z0005 THW AllroundLine Table Top（Zwick Roell 製）を用いて行った。クロスヘッドスピードは 0.5 mm/s で試験を行った。また、試験片が非常に小さく、通常のチャックでは試験片にねじりなどの損傷を与えてしまう可能性があるため、小型引張試験片用の治具を製作した（Fig. 3.4）。治具の材料には、SK 材を用いている。

3.3.4 塑性ひずみ計算

変形前後で同一領域を観察するために、試験片にはあらかじめ 4 つの圧痕で目印をつけ、矩形領域を指定している。変形前の表面性状観察結果から、その圧痕の距離 l_0 を測定する。そして、変形後の表面性状観察結果から再び圧痕の距離 l_i を測定し、真ひずみ $\varepsilon_i = \ln(l_i/l_0)$ を計算する。断続的な観察を行っているため、その真ひずみが塑性ひずみとなる。

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

3.3.5 結晶組織および表面あれ挙動の連続観察

連続観察の手順を以下に述べる．

1. 試験片の研磨後，初期の結晶組織解析を SEM - EBSD によって行う．
2. 結晶組織解析後，共焦点レーザー顕微鏡を用いて同一領域の初期の表面性状を観察する．
3. 初期の表面性状を観察した後，単軸引張試験を行う．塑性変形中のある点で試験を途中止めする．
4. 塑性変形後の結晶組織および表面性状の観察を再び行う．
5. 観察後，同試験片で再び引張試験を行い，また塑性変形中に試験を途中止めする．
6. 再び観察を繰り返す．このとき，表面性状の観察は必須であるが，結晶組織解析は可能であれば行うが，表面あれが大きい場合は行う必要はない．

このような手順で，いくつかのひずみレベルで観察を繰り返す．上記の実験手順をフローチャートにまとめる (**Fig. 3.5**)．

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

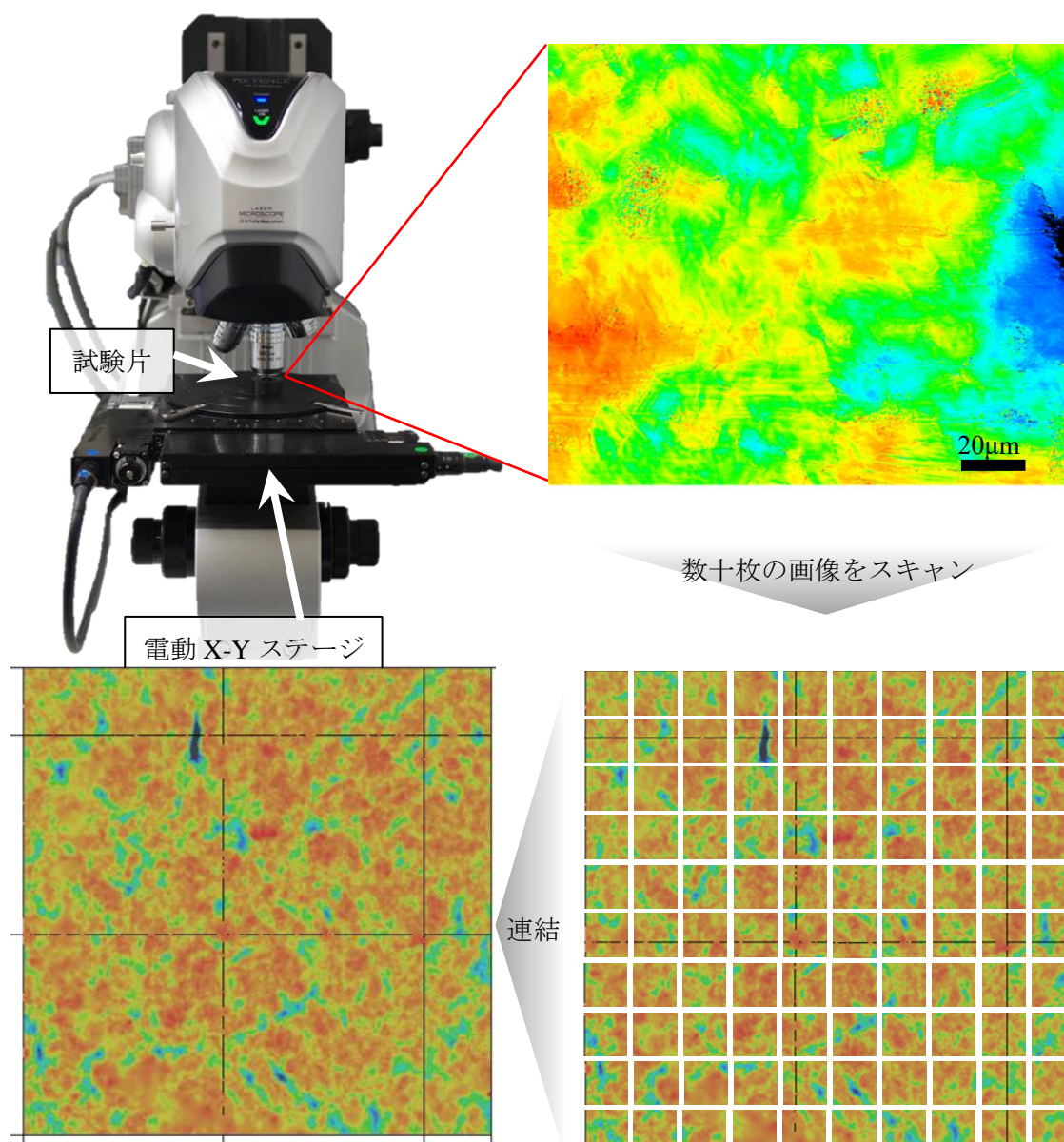


Fig. 3.3 Surface roughening observation method with confocal laser microscope

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

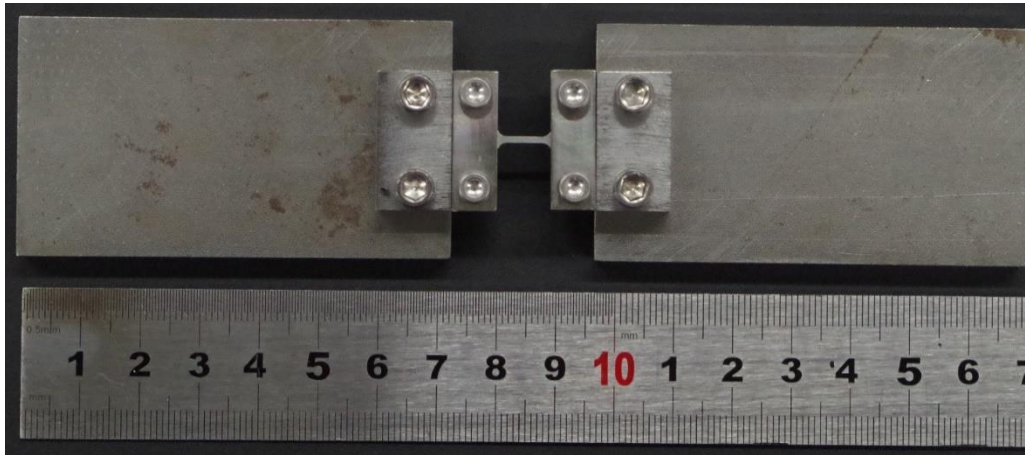


Fig. 3.4 Jig for the micro uni-axial tensile test

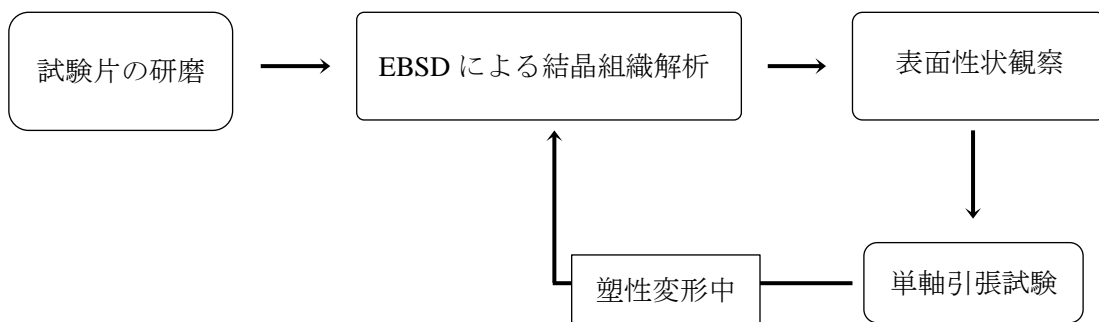


Fig. 3.5 Flow of continuous observation method

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

3.4 多結晶金属材料の結晶組織および表面あれ挙動

3.4.1 各材料の結晶組織

各材料の初期結晶組織を **Fig. 3.6 – Fig. 3.11** に示す。 **Fig. 3.6** は A5052, **Fig. 3.7** は A2024, **Fig. 3.8** は A1050, **Fig. 3.9** は C1220, **Fig. 3.10** は C5191, **Fig. 3.11** は SUS304 の引張方向に対する IPF マップ, 極点図, 逆極点図を表している。

Fig. 3.6 から, A5052 の集合組織は{001}に強く配向していることが観察された。 **Fig. 3.7** から, A2024 の集合組織強度は弱く, ばらつきが大きいことが観察された。 **Fig. 3.8** から, A1050 の集合組織は A5052 と似ており, {001}集合組織の発達を観察された。 **Fig. 3.9** から, C1220 の集合組織は{111}に強く配向していることが観察された。 また, 多くの結晶粒で双晶が観察されているが, これは圧延後の焼きなまし熱処理によるものである。 また, ほかの材料より結晶粒径のばらつきが大きいことも観察されている。 **Fig. 3.10** から, C5191 では, {111}集合組織が比較的発達していることが観察された。 また, 多くの結晶粒で粒内の方位差が大きく発達していることがわかる。 これは, 焼きなまし温度が十分でなく再結晶が完了していないためである。 結晶粒径の分布が大きいことも同様の原因である。 **Fig. 3.11** から, SUS304 では, 目立った集合組織は観察されず, 比較的ばらついた方位分布を有していた。 C1220 と同様に多くの結晶粒で双晶が観察されたが, これも熱処理によって生じた焼きなまし双晶である。 また, C1220 同様ほかの材料に比べて結晶粒径にばらつきが多い。 このように材料ごとに結晶組織は全く異なる。 表面あれに及ぼすこれらの影響を以降で詳述する。 また, 各材料の平均結晶粒径を **Table 3.1** に示す。

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

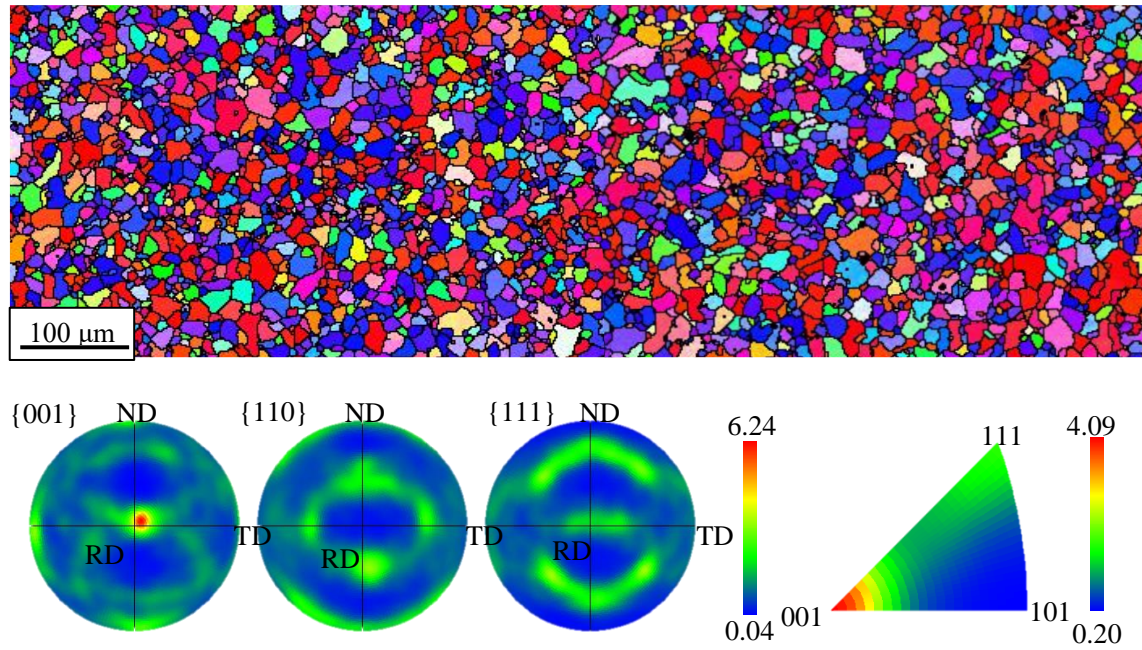


Fig. 3.6 Microstructure of A5052 (a) IPF map toward tensile direction (corresponding to RD) (b) Pole figures (c) Inverse pole figure toward tensile direction

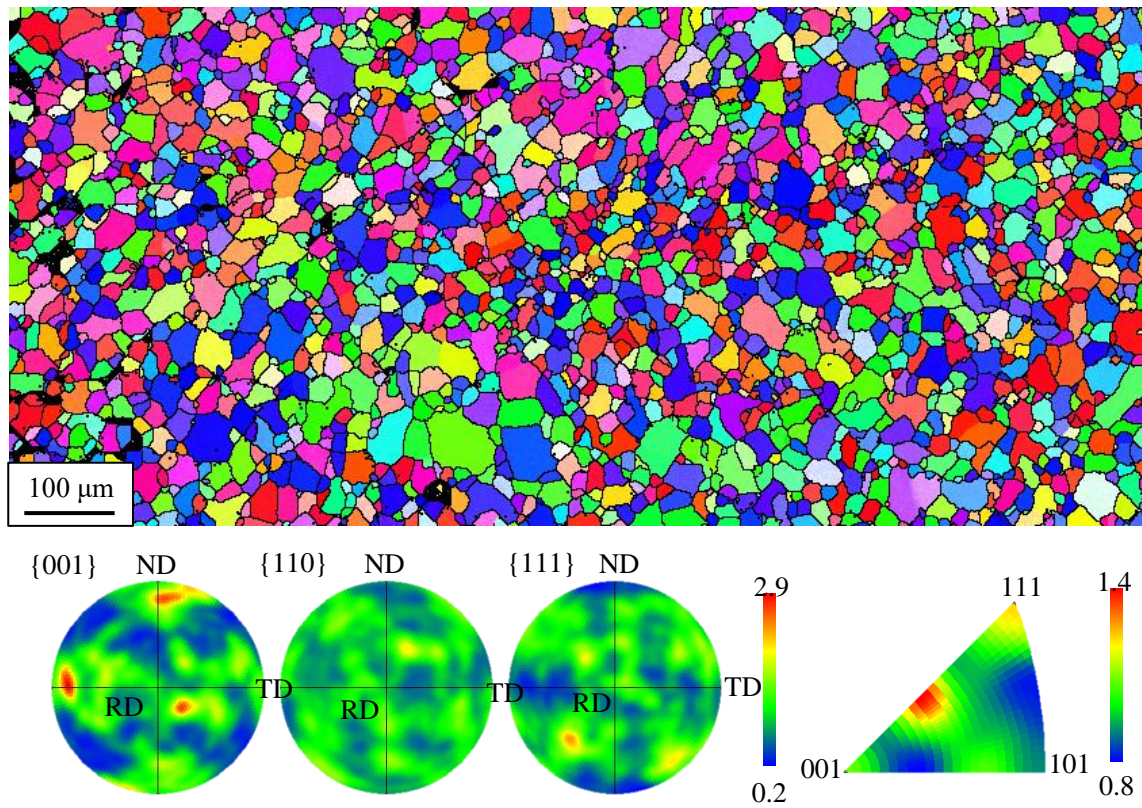


Fig. 3.7 Microstructure of A2024 (a) IPF map toward tensile direction (corresponding to RD) (b) Pole figures (c) Inverse pole figure toward tensile direction

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

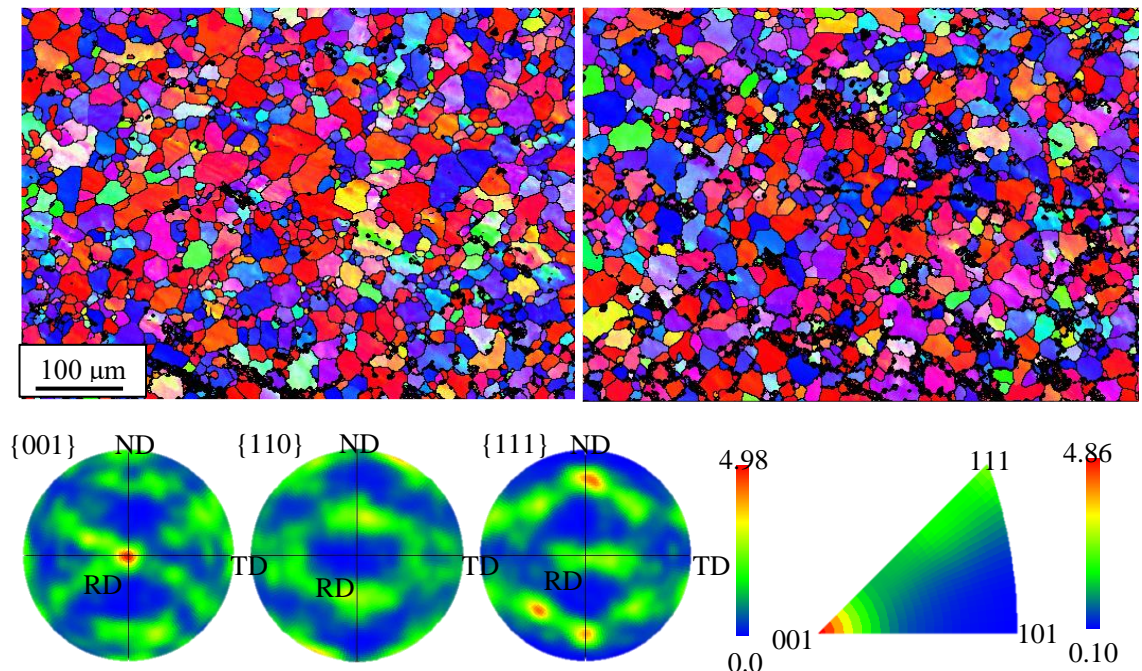


Fig. 3.8 Microstructure of A1050 (a) IPF map toward tensile direction (corresponding to RD) (b) Pole figures (c) Inverse pole figure toward tensile direction

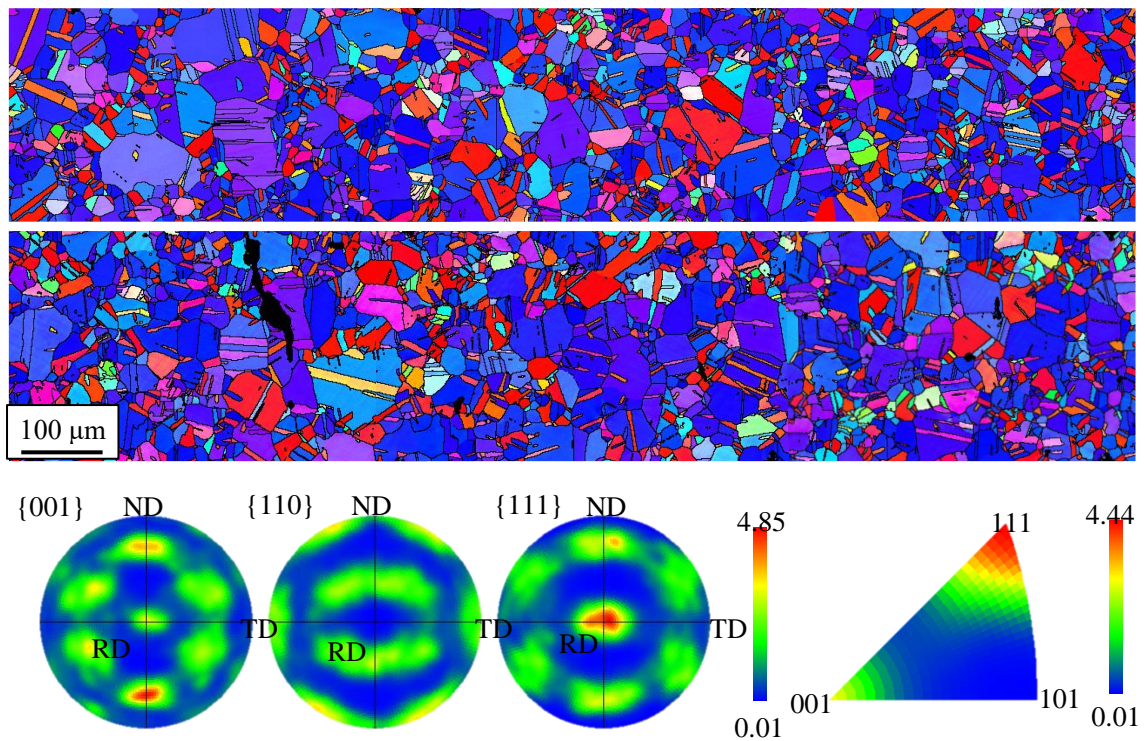


Fig. 3.9 Microstructure of C1220 (a) IPF map toward tensile direction (corresponding to RD) (b) Pole figures (c) Inverse pole figure toward tensile direction

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

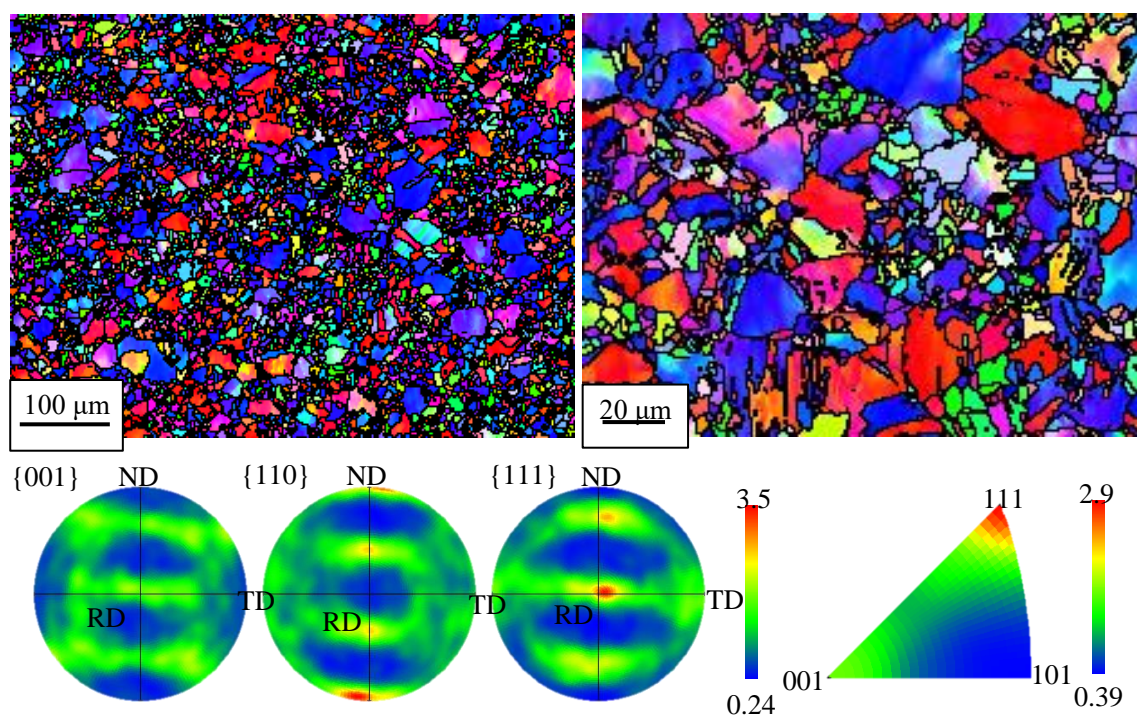


Fig. 3.10 Microstructure of C5191 (a) IPF map toward tensile direction (corresponding to RD) (b) Pole figures (c) Inverse pole figure toward tensile direction

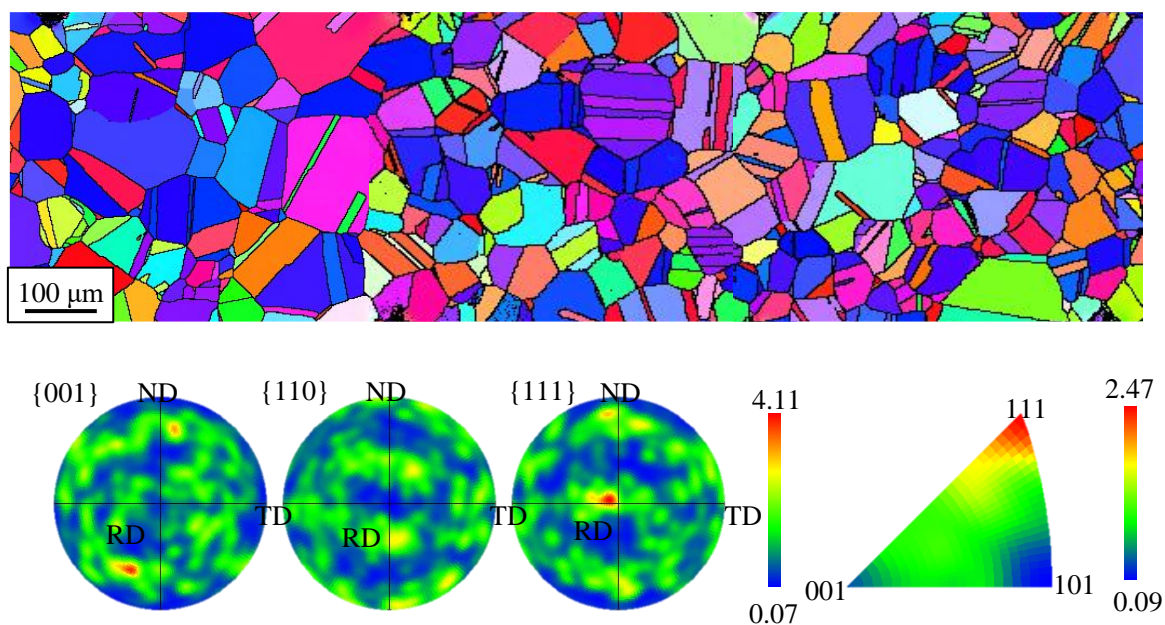


Fig. 3.11 Microstructure of SUS304 (a) IPF map toward tensile direction (corresponding to RD) (b) Pole figures (c) Inverse pole figure toward tensile direction

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

Table 3.1 Mean grain size of each material

Material	A1050	A5052	C1220	SUS304	C5191	A2024
Grain size	15.3	12.7	19.3	45.4	8.9	17.5

3.4.2 各材料の表面あれ挙動

Fig. 3.6 – Fig. 3.13 に各材料の表面あれ挙動を示す。Fig. 3.6 は A5052, Fig. 3.7 は A2024, Fig. 3.8 は AZ31, Fig. 3.9 は C1220, Fig. 3.10 は A1050, Fig. 3.11 は SPCC, Fig. 3.12 は C5191, Fig. 3.13 は SUS304 の表面あれ挙動を表している。Fig. 3.6 – Fig. 3.13 から、凹凸のスケールは材料ごとに異なるが、すべての材料で塑性変形に伴う表面あれ進展が観察された。Fig. 3.9, Fig. 3.13 および Fig. 3.6, Fig. 3.10, Fig. 3.12 を比較すると、C1220, SUS304 の表面あれは一つ一つの凹凸が大きく、一方で A5052, A1050, C5191 の凹凸は小さく細かい。3.4.1 で C1220 と SUS304 は結晶粒径が比較的大きいことが観察されており、その影響が見られている。

Fig. 3.16 – Fig. 3.18 には、それぞれの材料における塑性ひずみ ε_p に対する算術平均粗さ Ra の増加を示している。供試材として用いたすべての材料において、塑性ひずみ ε_p に対する算術平均粗さ Ra の線形的な増加が見られた。Fig. 3.12 – Fig. 3.15 の高さマップに注目すると、すべての材料においてひずみが小さいときと大きいときでは当然凹凸のスケールは変化するが、凹凸のパターンは変化していないことが観察されている。このようにパターンに変化がなく、凹凸の大きさのみが変形に伴い増加していることが表面粗さの線形増加の要因になっている。

第 1 章でも述べたが、算術平均粗さ Ra は相当ひずみに対して線形的に増加し、その傾きは平均結晶粒径 d と表面あれ進展係数 c に比例して増加することが知られている[1], [2]。本研究では、そこで、Fig. 3.6 – Fig. 3.11 の結晶組織解析結果から求めた各材料の平均結晶粒径を用いて、Fig. 3.12 – Fig. 3.15 の縦軸を $(Ra - R_0)/d$ として整理すると、Fig. 3.16 – Fig. 3.18 のような線形関係が得られる。この直線の傾きが表面あれ進展係数 c を表している。Table 3.2 に各材料の表面あれ進展係数 c の値を示す。Fig. 3.16 - Fig. 3.18, Table 3.2 からわかるように、表面あれ進展係数は材料ごとに異なる値を示す。A5052 や A2024 のように同じアルミニウム合金でも異なる値となる。したがって、この表面あれ進展係数には、材料の違いではなく結晶組織等の影響が予想される。そこで、次節からはこの表面あれ進展係数に影響を及ぼす結晶組織学的な因子を明らかにしていく。

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

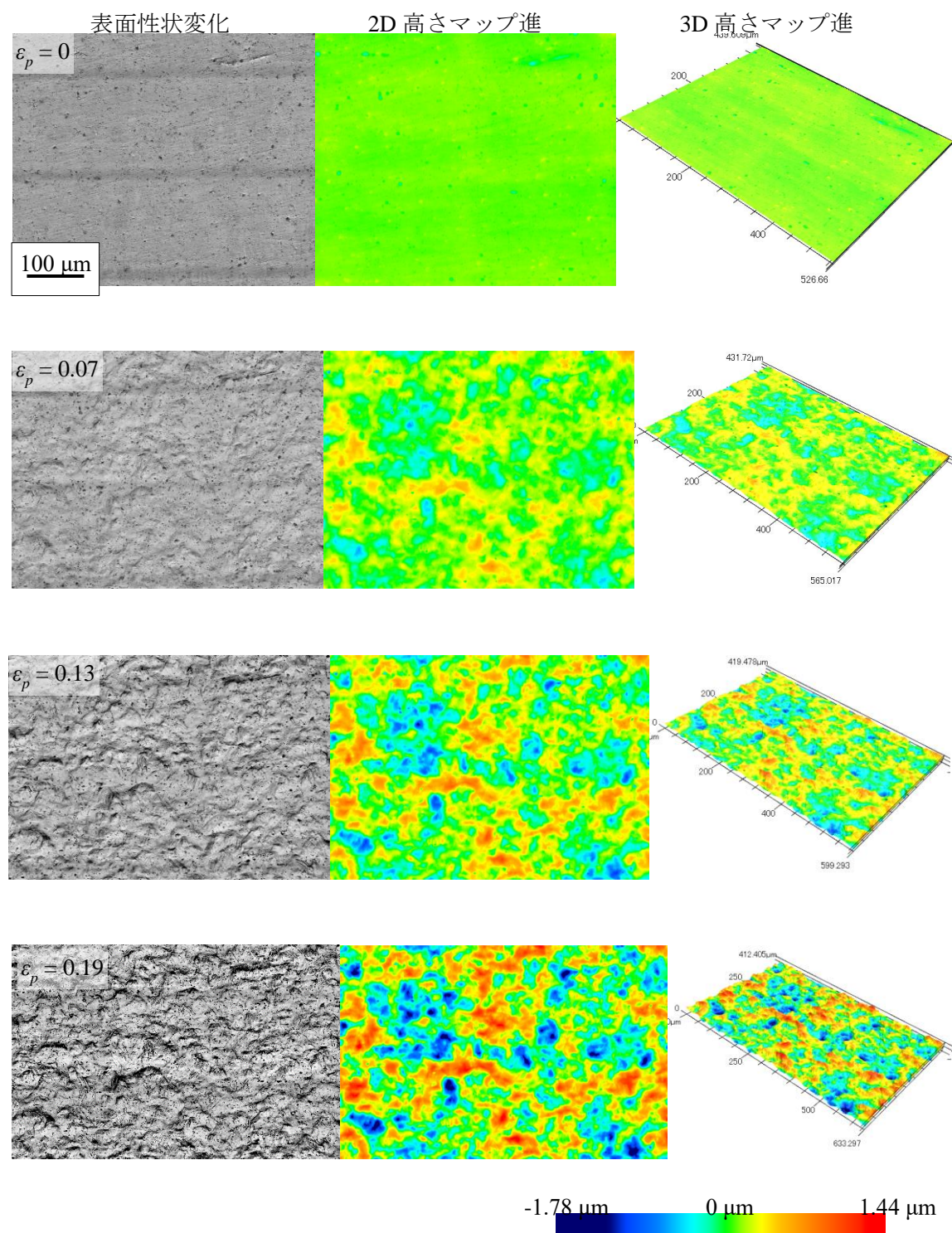


Fig. 3.12 Surface roughening evolution of A5052 (a) Surface texture evolution (b) 2D height map evolution (c) 3D height map evolution

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

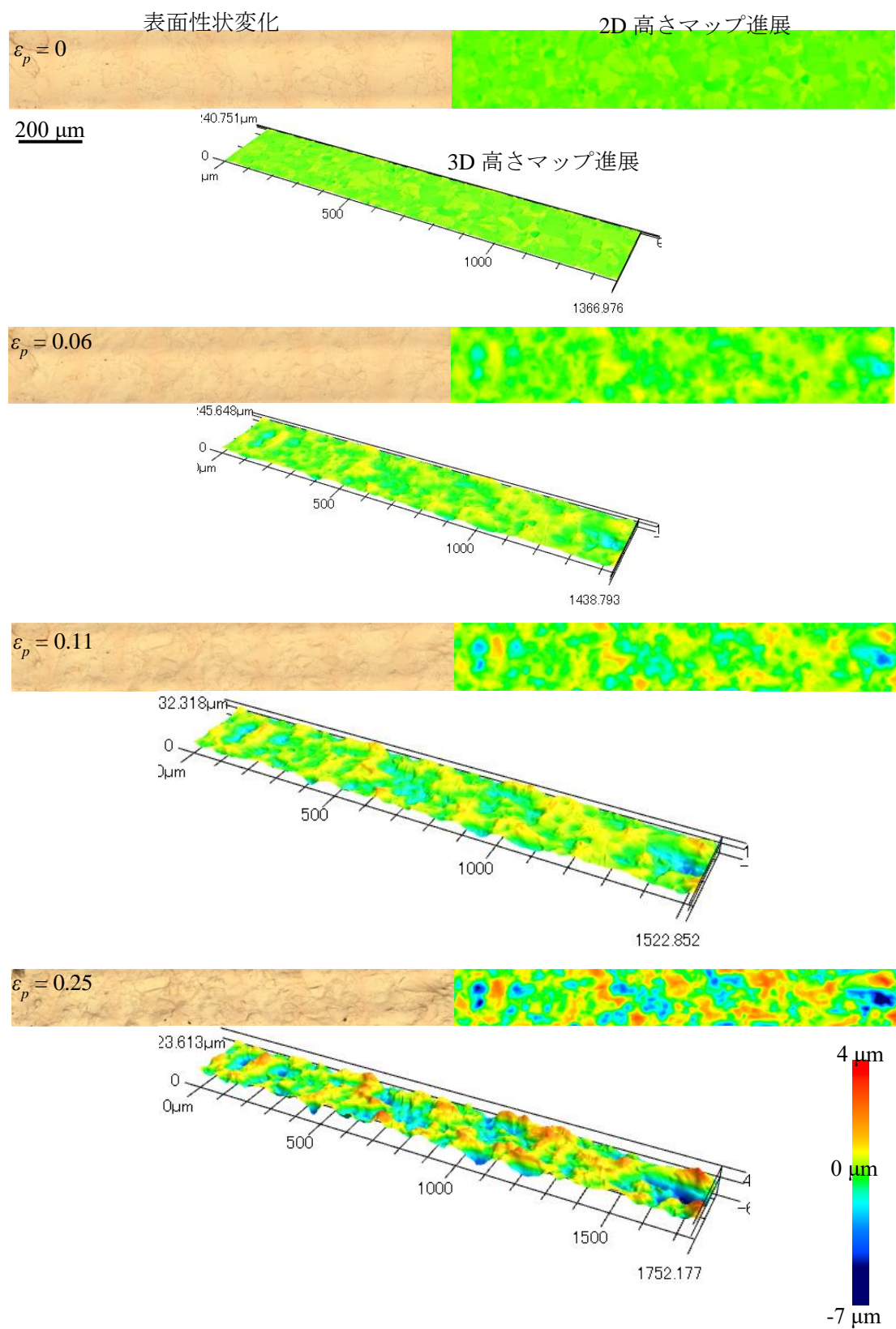


Fig. 3.13 Surface roughening evolution of C1220 (a) Surface texture evolution (b) 2D height map evolution (c) 3D height map evolution

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

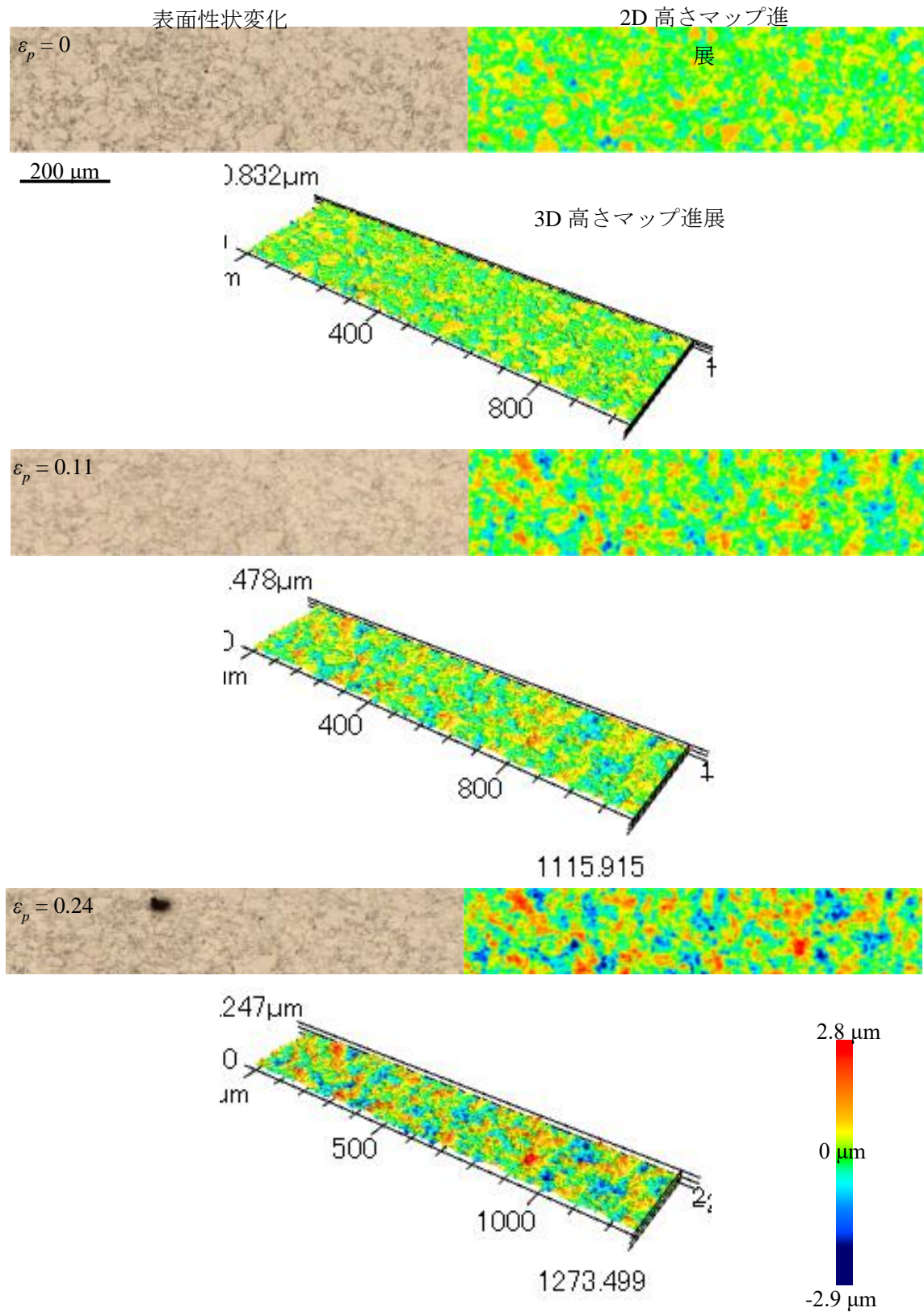


Fig. 3.14 Surface roughening evolution of C5191 (a) Surface texture evolution (b) 2D height map evolution (c) 3D height map evolution

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

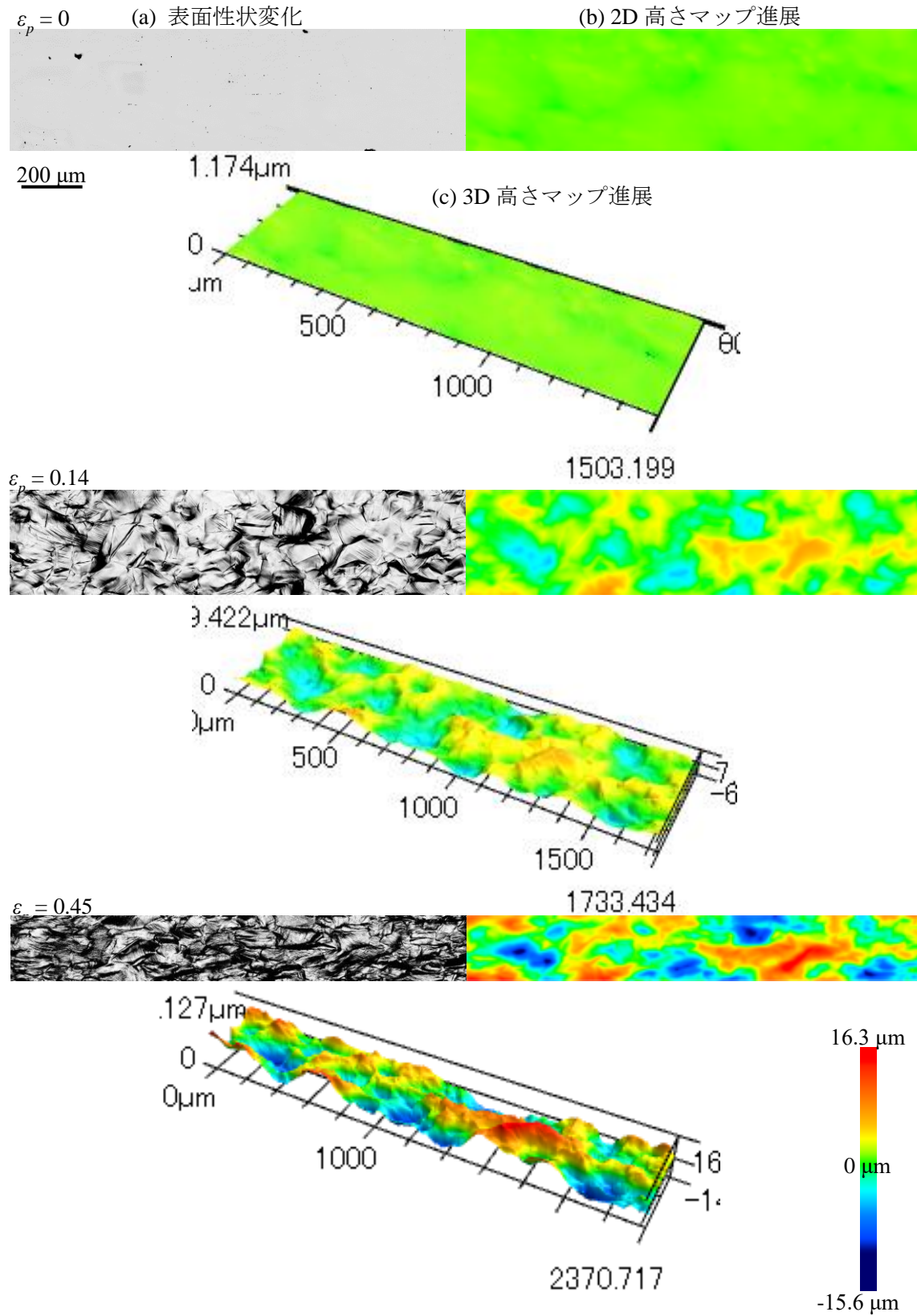


Fig. 3.15 Surface roughening evolution of SUS304 (a) Surface texture evolution (b) 2D height map evolution (c) 3D height map evolution

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

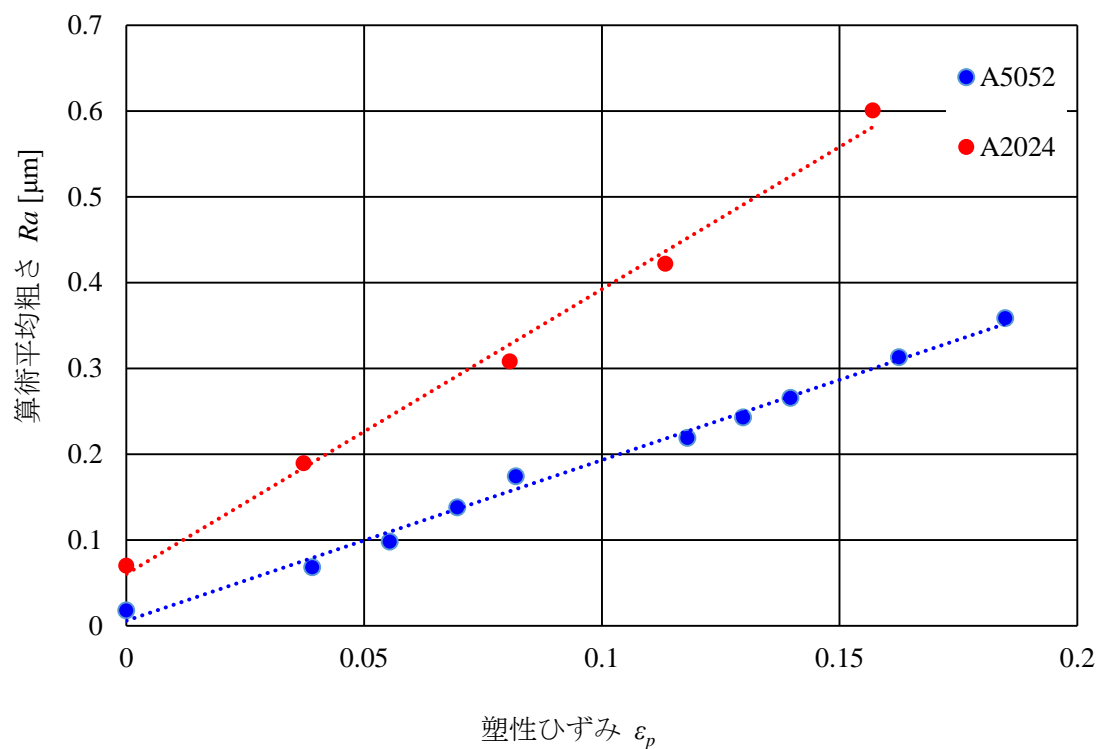


Fig. 3.16 Arithmetic mean roughness Ra vs. plastic strain ϵ_p of A5052 and A2024

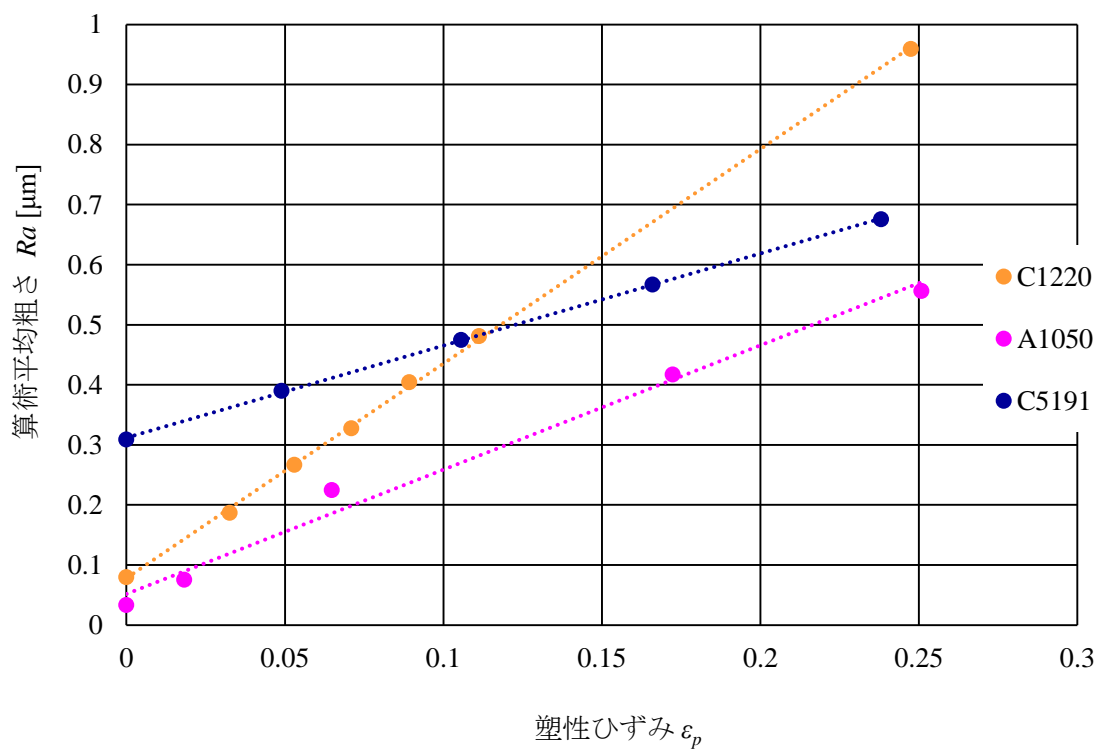


Fig. 3.17 Arithmetic mean roughness Ra vs. plastic strain ϵ_p of C1220, A1050 and C5191

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

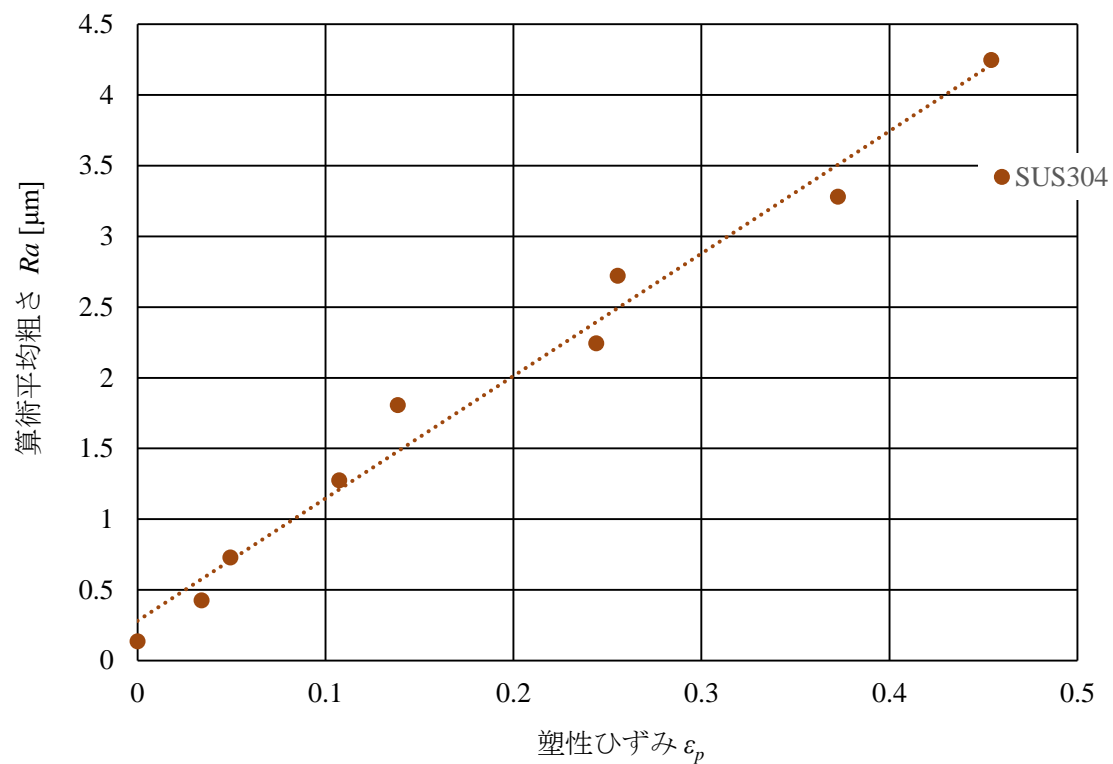


Fig. 3.18 Arithmetic mean roughness Ra vs. plastic strain ϵ_p of SUS304

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

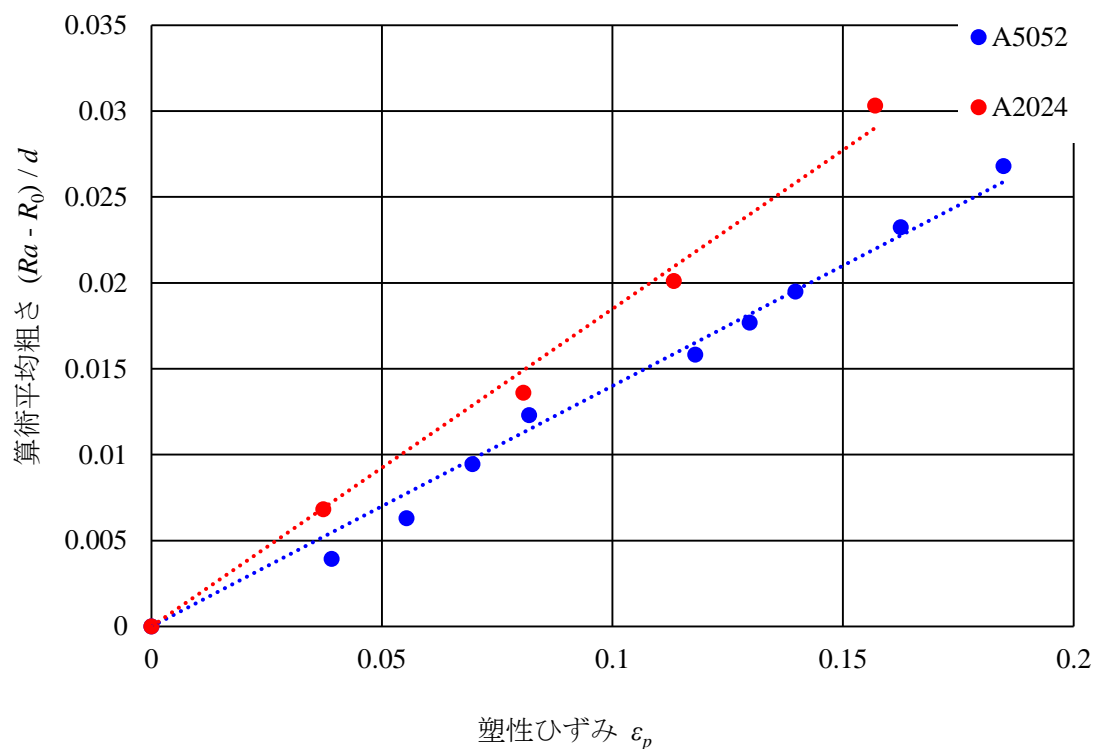


Fig. 3.19 $(Ra - R_0) / d$ vs. plastic strain ϵ_p of A5052 and A2024

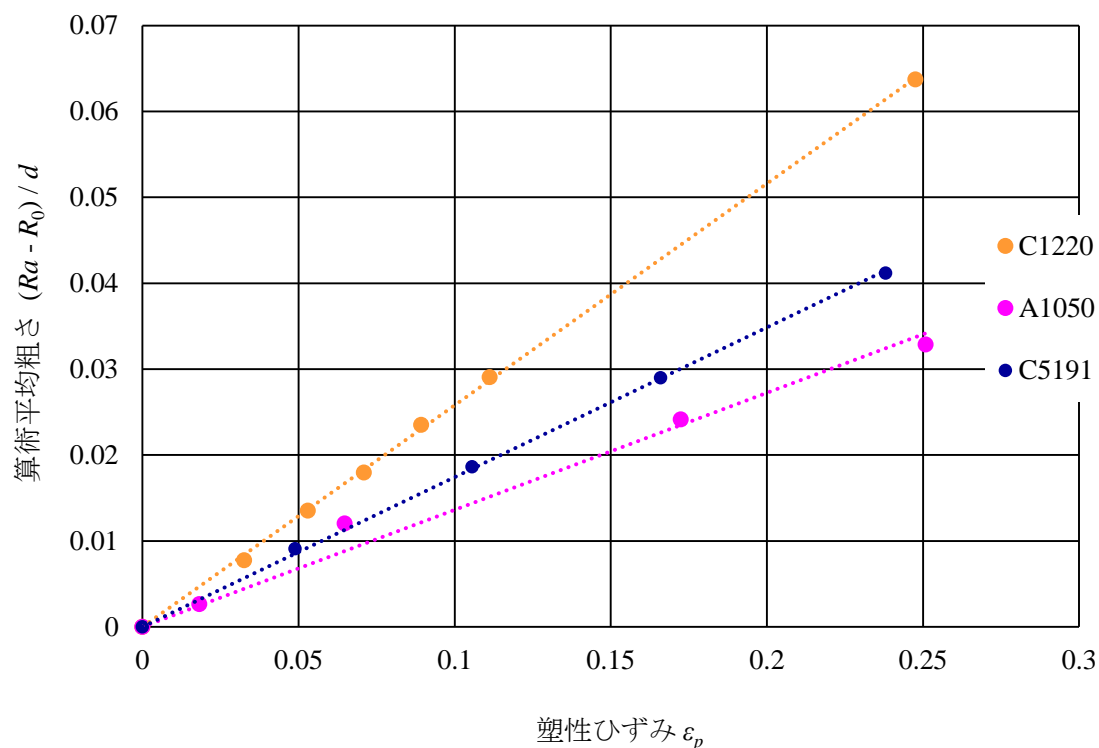


Fig. 3.20 $(Ra - R_0) / d$ vs. plastic strain ϵ_p of C1220, A1050 and C5191

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

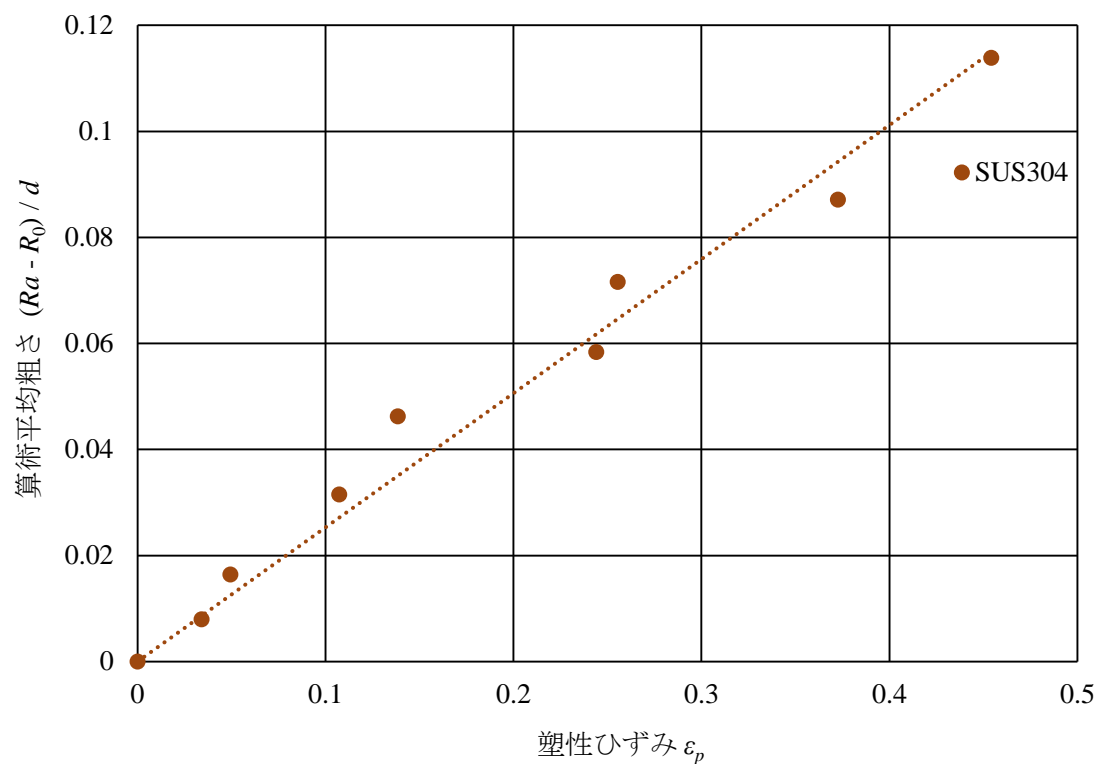


Fig. 3.21 $(Ra - R_0) / d$ vs. plastic strain ε_p of SUS304

Table 3.2 Coefficient of surface roughening of each material

Material	A1050	A5052	C1220	SUS304	C5191	A2024
c	0.136	0.140	0.258	0.253	0.174	0.184

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

3.5 表面あれ進展係数に及ぼす結晶組織学的影響因子

3.5.1 表面あれ進展係数に及ぼす結晶方位分布の影響

多結晶金属材料は、同じ材料内で結晶方位にばらつきがあることを示した (Fig. 3.6 - Fig. 3.11)。自由表面あれは、結晶粒の不均質性によって生じることが報告されている。ここでは、特に結晶方位によって生じる結晶粒の不均質性について調査する。結晶方位と結晶粒の強度を関連付けるパラメータにシュミット因子がある。シュミット因子は、結晶粒のすべり変形に対する抵抗性に直接影響し、シュミット因子の大きさは結晶方位と引張方向のみから影響を受ける。シュミット因子が大きい結晶粒ほどすべり変形しやすく、シュミット因子が小さいほどすべり変形しにくい。FCC 金属の場合、シュミット因子の最大値は 0.5 で最小値は 0.28 である。Fig. 3.22 - Fig. 3.24 に A5052, C1220, SUS304 のシュミット因子分布マップを示す。赤い結晶粒ほどシュミット因子が高く、青い結晶粒ほどシュミット因子が小さいことを表している。Fig. 3.22 - Fig. 3.24 からわかるように、材料内でシュミット因子の分布が見られ、さらにシュミット因子の分布の仕方は材料によって異なっている。A5052 のシュミット因子は比較的大きく、すべり変形しやすい結晶粒が多い。一方で、C1220 は比較的小シュミット因子の小さい結晶粒が多く、シュミット因子のばらつきも大きい。これは、すべり変形しやすい結晶粒とすべり変形しにくい結晶粒がばらついていることを表している。SUS304 のシュミット因子分布もほかの二つの材料とは異なる分布の仕方をしている。このようなシュミット因子の分布はすべての材料に見られている。Fig. 3.25 に各材料のシュミット因子の頻度分布を示す。このようなシュミット因子の分布の仕方が表面あれ進展係数に及ぼす影響を調査する。これらシュミット因子分布の評価方法に以下の 3 つのパラメータを考える。

1. シュミット因子の頻度分布の標準偏差

これは、領域内でのシュミット因子分布をばらつきと考え、ばらつきが大きいと結晶粒に変形の抵抗力の差が生じ、表面あれが生じるであろうという予測に基づいている。

2. シュミット因子の頻度分布の変動係数

変動係数は、標準偏差を平均値で除した値であり、標準偏差の平均値依存性を除く必要があるときに有効である。

3. 隣接する結晶粒のシュミット因子の差の期待値

これは、表面あれが結晶粒スケールで生じているため、隣接する結晶粒のシュミット因子の差が大きいほど表面あれが生じやすいのではないかとという予測に基づいている。

シュミット因子の頻度分布の標準偏差および変動係数の計算方法を以下に示す。

1. シュミット因子の平均値 S_m を次式で計算する。

$$S_m = \sum_{k=0.28}^{0.5} S_k f(S)$$

ここで、 S_k はシュミット因子、 $f(S)$ はあるシュミット因子の頻度を表す。 k は、0.28 ~ 0.50 の

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

少数第 2 位までのシュミット因子である。

2. シュミット因子の頻度分布の分散 σ^2 を次式で計算する。

$$\sigma^2 = \sum_{k=0.28}^{0.5} (S_m - S_k)^2 f(S)$$

3. 分散の平方根をとることによって、標準偏差 σ を計算する。

4. 変動係数 $CV [\%]$ を次式で計算する。

$$CV [\%] = \sigma / S_m \times 100$$

次に、隣接する結晶粒の差の期待値 e_{sf} は次式で計算できる。

$$e_{sf} = \sum_{k=0.28}^{0.5} \Delta S_{k-i} \cdot \{f(k)f(i)\}$$

ここで、 ΔS_{k-i} はあるシュミット因子の結晶粒と隣接する結晶粒のシュミット因子の差、 $f(k)$ はある結晶粒のシュミット因子の頻度、 $f(i)$ はその結晶粒と隣接する結晶粒のシュミット因子の頻度を表している。 k は 0.28 ~ 0.5 の少数第 2 位までのシュミット因子である。

上記の方法で、各材料の頻度分布に対して計算を行い、それらの結晶組織パラメータを横軸、表面あれ進展係数 c を縦軸にプロットする。Fig. 3.26 は、シュミット因子の頻度分布の標準偏差 σ に対する表面あれ進展係数 c 、Fig. 3.27 は、シュミット因子の頻度分布の変動係数 $CV [\%]$ に対する表面あれ進展係数 c 、Fig. 3.28 は、隣接する結晶粒のシュミット因子の差の期待値 e_{sf} に対する表面あれ進展係数 c を示している。

Fig. 3.26 – Fig. 3.28 から、各結晶組織パラメータが大きいとき、表面あれ進展係数 c が大きくなるという傾向が 3 つすべてに見られたが、標準偏差 σ 、変動係数 $CV [\%]$ において比較的良好な相関が得られている。いずれのグラフでも、A2024 が相関から外れているようであるが、現状ではまだその原因まで考察することはできていない。しかし、シュミット因子分布を上記 3 つのパラメータで評価した結果、いずれにおいても相関が得られていることから、表面あれ進展係数 c にはシュミット因子の分布による結晶粒の不均質性が大きな影響を及ぼしている可能性が示された。

シュミット因子分布の影響メカニズムを考えるために、A5052 の表面あれプロファイルと結晶組織を詳細に観察した。塑性ひずみ 0.18 における微小領域の高さマップに結晶粒界を重ねたものと対応する初期のシュミット因子マップを Fig. 3.29 に示す。この図から、シュミット因子の小さい結晶粒のところで大きな凹部が形成されており、比較的シュミット因子の小さい結晶粒が、傾斜していることがわかる。したがって、このメカニズムを模式的に表すと、Fig. 3.30 のようになる。シュミット因子の大きい結晶粒と小さい結晶粒が隣接して並ぶとき、まずシュミット因子の大きい結晶粒が先に変形する。シュミット因子の小さい結晶粒は、すべり変形しにくく、隣の結晶粒のすべりが伝播しない。そのため、このままでは先に変形した結晶粒の粒界で不連続性が生じてしまいう。そこでこの不連続性を解消するために、シュミット因子の小さい結晶粒が剛体回転することによって、ここで凹部が形成したと考えられる。

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

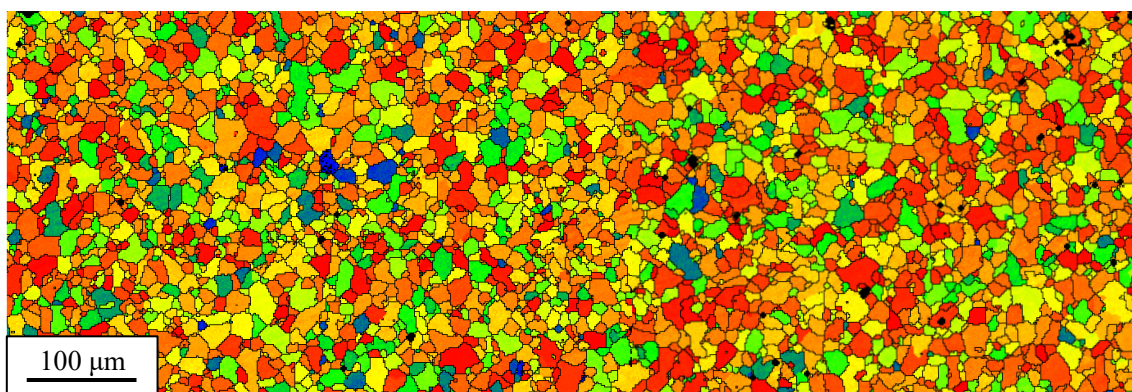


Fig. 3.22 Schmid factor distribution map of A5052

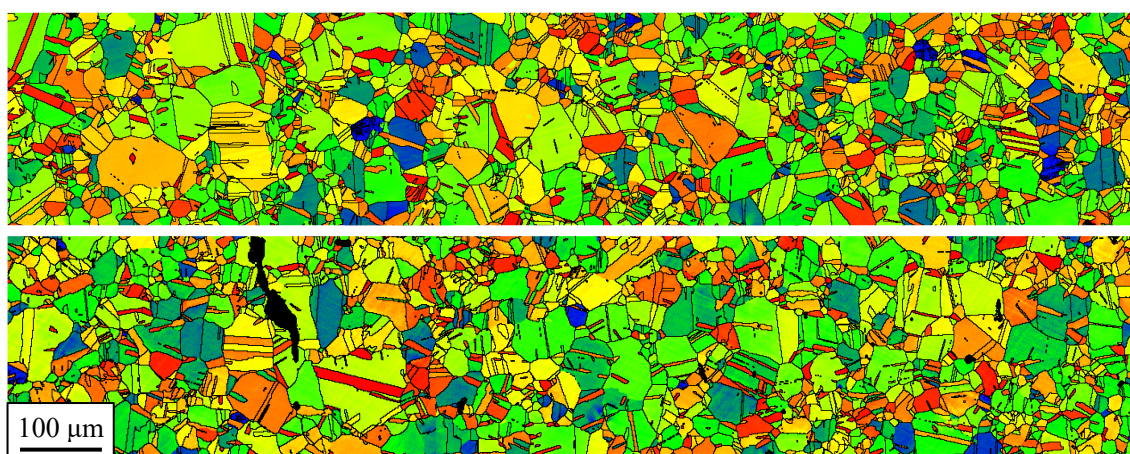


Fig. 3.23 Schmid factor distribution map of C1220

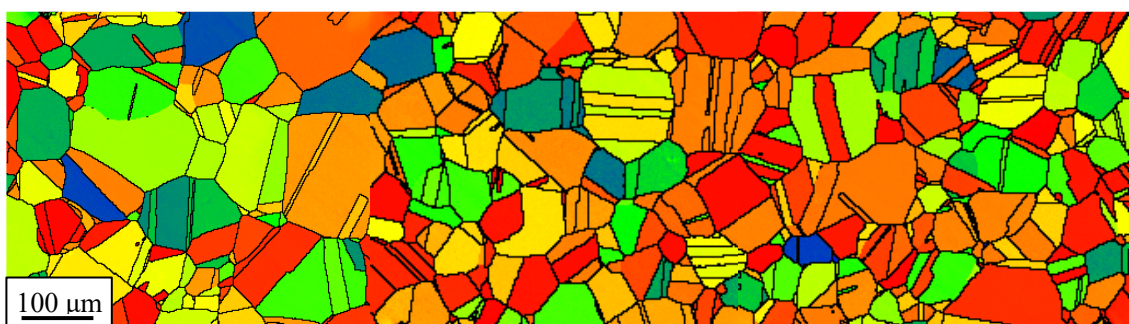


Fig. 3.24 Schmid factor distribution map of SUS304

0.28  0.50

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

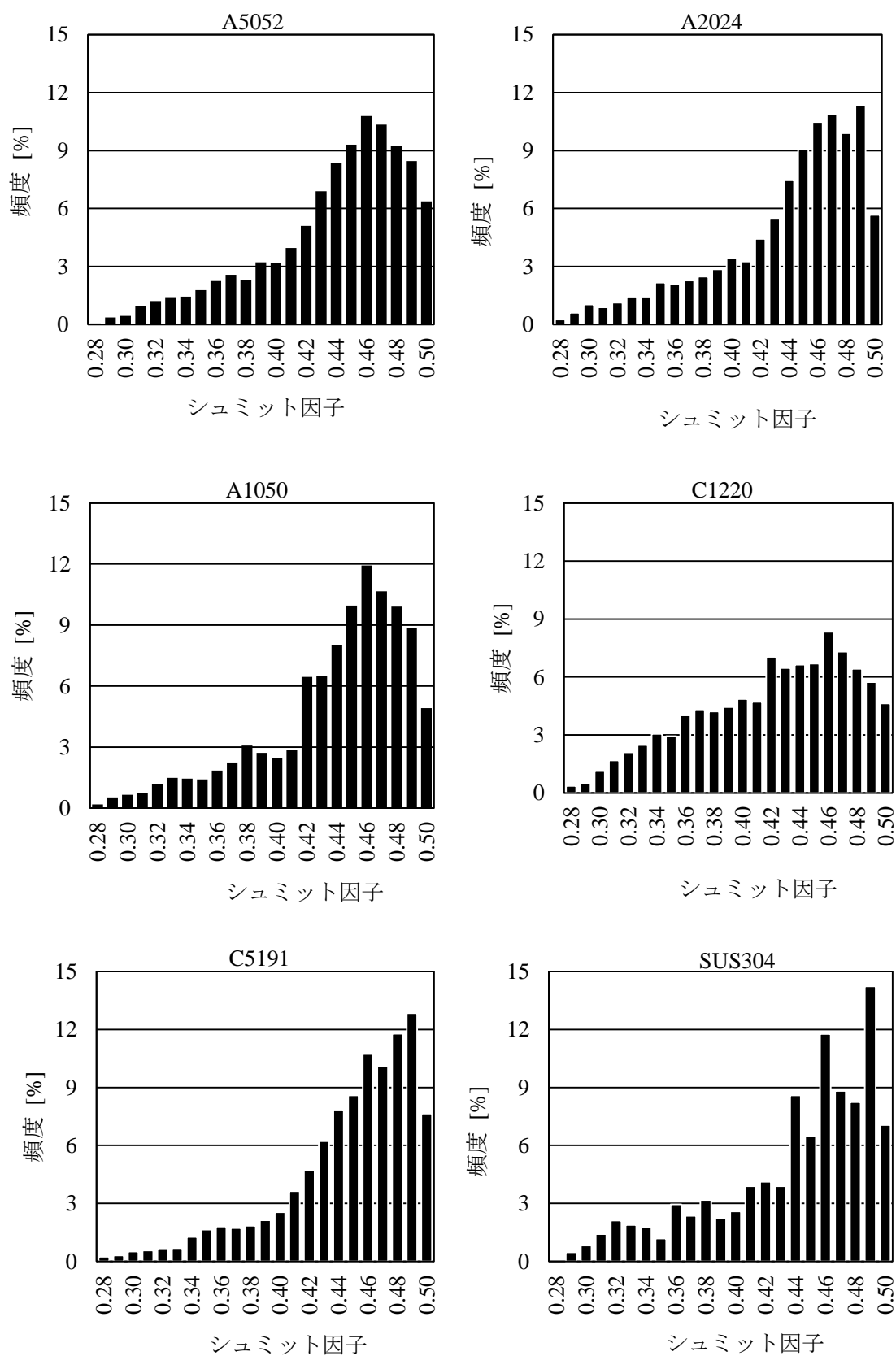


Fig. 3.25 Frequency distribution of Schmid factor of each material

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

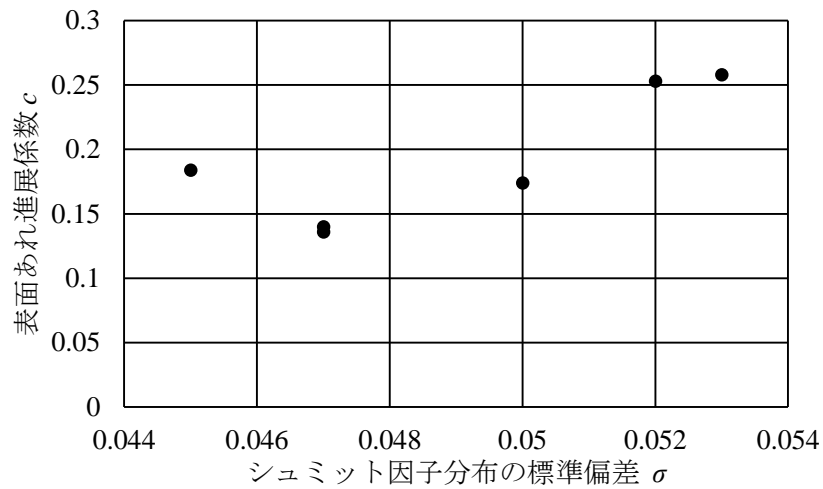


Fig. 3.26 Coefficient of roughening evolution c vs. stdv of Schmid factor σ

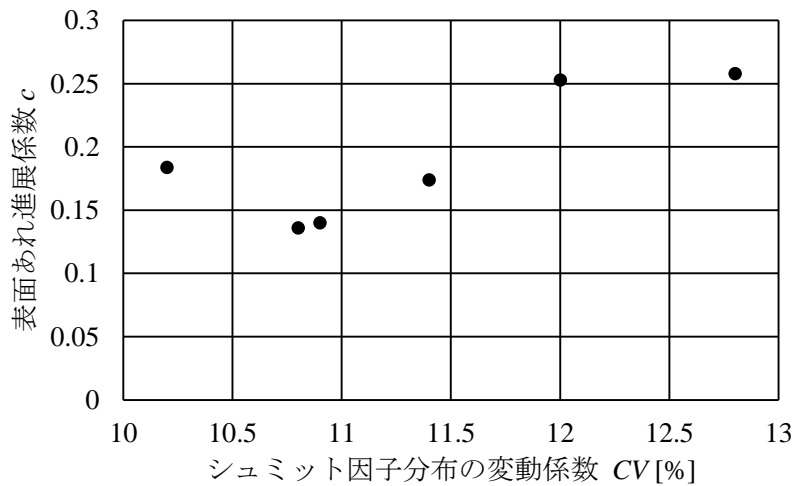


Fig. 3.27 Coefficient of roughening evolution c vs. CV of Schmid factor [%]

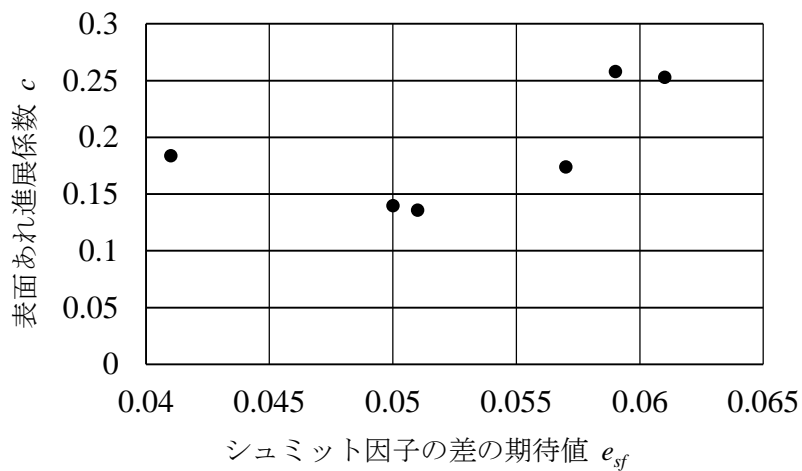


Fig. 3.28 Coefficient of roughening evolution c vs. the expected value of difference of Schmid factor e_{sf}

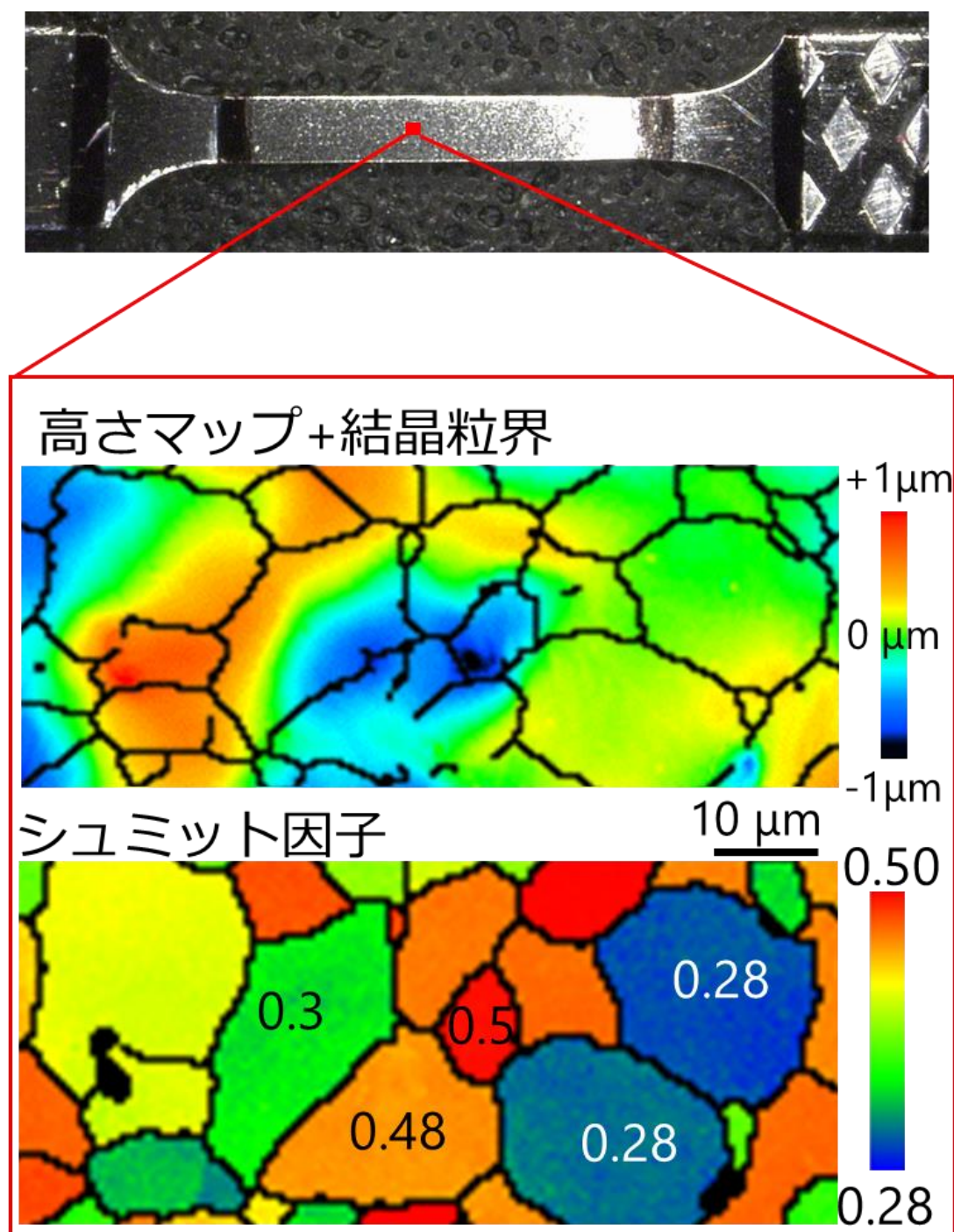


Fig. 3.29 Height map overlapped with grain boundaries and corresponding Schmid factor distribution map of A5052

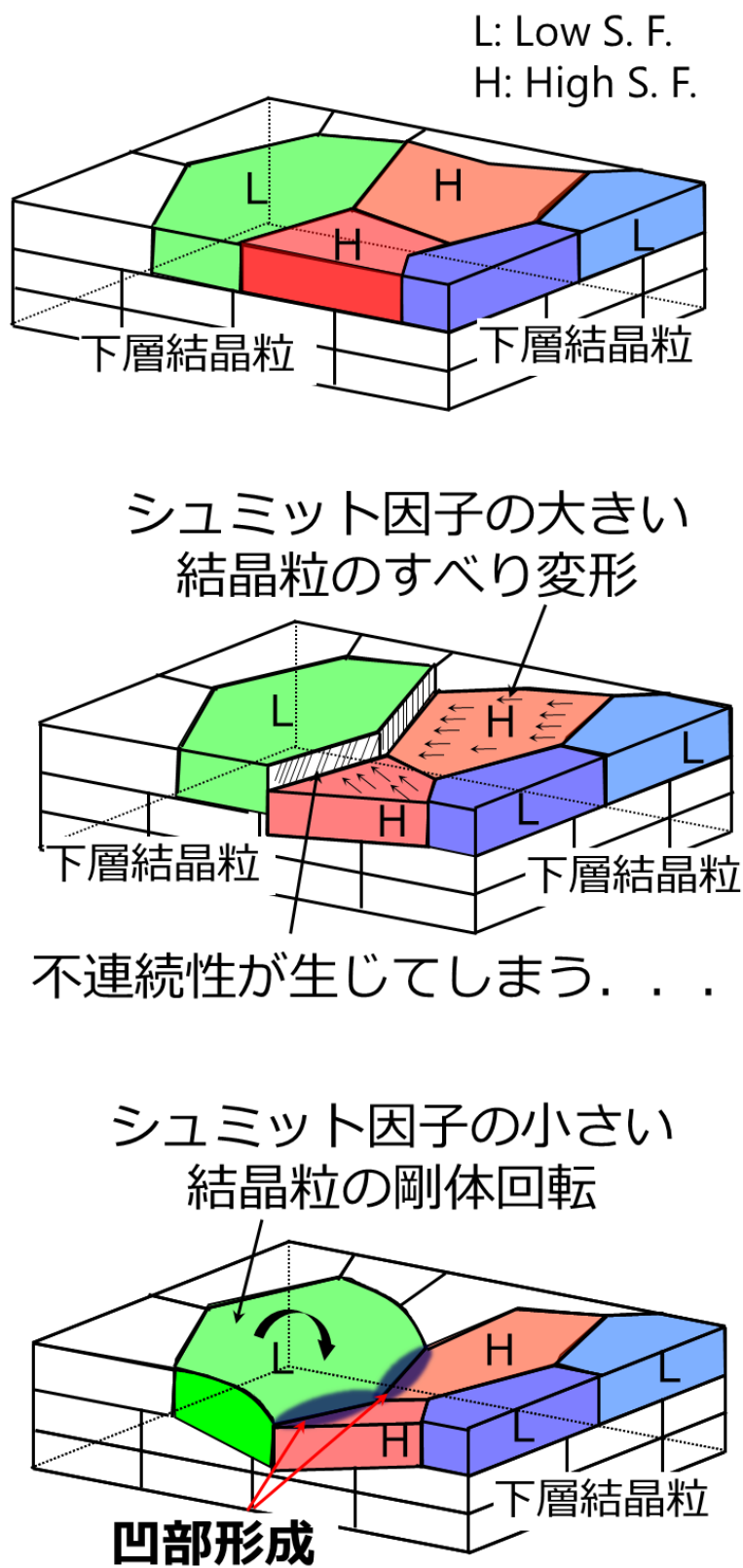


Fig. 3.30 Mechanism of Schmid factor distribution effect

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

3.5.2 表面あれ進展係数に及ぼす結晶粒径分布の影響

前節では、結晶方位によって生じる結晶粒の強度のばらつきに注目したが、結晶粒の強度を考える際には結晶粒径がよく議論される。いわゆるホールペッチ則である。Fig. 3.6–Fig. 3.11 から、結晶粒の不均質性として、結晶方位のほかに結晶粒径のばらつきが観察できる。そこで、本節では表面あれ進展係数に及ぼす結晶粒径のばらつきを調査する。結晶粒径のばらつきの評価には以下の2つのパラメータを考える。

1. 結晶粒径分布の標準偏差
2. 結晶粒径分布の変動係数

結晶粒径が減少すると、粒界近傍の転位の運動が強く拘束され、結晶粒は塑性変形しにくくなる[3]。したがって、結晶粒径の大きい結晶粒と小さい結晶粒が隣接する場合、強度に不均一性が生じ、表面あれを引き起こすことが予測できる。その影響を統計的に処理するために標準偏差を用いて評価する。また、結晶粒径は、材料によって大きく異なることがある。そのため、ばらつきに平均結晶粒径が影響する可能性が考えられる。そこで、標準偏差から平均値の影響を除いた変動係数も用いて評価する。

結晶粒径分布の標準偏差および変動係数の計算方法を以下に示す。

1. EBSD ソフトウェアによって、結晶粒径 $5\mu\text{m}$ 以上結晶粒を対象に個々の結晶粒の粒径を測定する。
2. それらの平均値を計算する。
3. 個々の結晶粒の結晶粒径と平均値の偏差を計算する。
4. 偏差から分散を求め、平方根をとって標準偏差を計算する。
5. 標準偏差を平均値で除して、変動係数を求める。

上記の方法で、各材料の粒径分布に対して計算を行い、それらの結晶組織パラメータを横軸、表面あれ進展係数 c を縦軸にプロットする。Fig. 3.31 は、結晶粒径分布の標準偏差 σ に対する表面あれ進展係数 c 、Fig. 3.32 は、結晶粒径分布の変動係数 $CV[\%]$ に対する表面あれ進展係数 c を表している。

Fig. 3.31 からは、相関関係を得ることができていないが、Fig. 3.32 からは比較的良好な関係が得られた。これは、予想通り平均結晶粒径が標準偏差に影響を及ぼしていたためである。Fig. 3.30 において、結晶粒径分布の変動係数が大きいとき、表面あれ進展係数 c が大きくなるという傾向が見られた。したがって、結晶粒径のばらつきも表面あれ進展係数に影響を及ぼす因子の一つであることが示された。

結晶粒径分布の影響メカニズムを説明するために、結晶粒界を重ねた C1220 の高さマップ、結晶粒径分布マップとシュミット因子分布マップを Fig. 3.33 に示す。高さマップと結晶粒径分布マップを比較すると、大きい結晶粒の間に挟まれた小さい結晶粒のところで凹部が形成されていることが観察された。また、左の大きい結晶粒はシュミット因子が大きいことがわかる。したがって、このメカニズムを模式的に表すと、Fig. 3.34 のようになる。粒径の大きい結晶粒径と小さい結晶粒径が並ぶとき、粒径とシュミット因子の大きい結晶粒

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

が先に変形する。すると、結晶粒径の小さい結晶粒は結晶方位がランダムであり、すべりは伝播ない。そのため、このままではその結晶粒界で不連続性が生じる。そこで、この不連続性を解消するために小さい結晶粒も変形するが、そのとき結晶粒径が小さいため、巨視的には一つの塊のようになる。このようにして、結晶粒径の小さいところで集団的に、凹部が形成されていると考えられる。

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

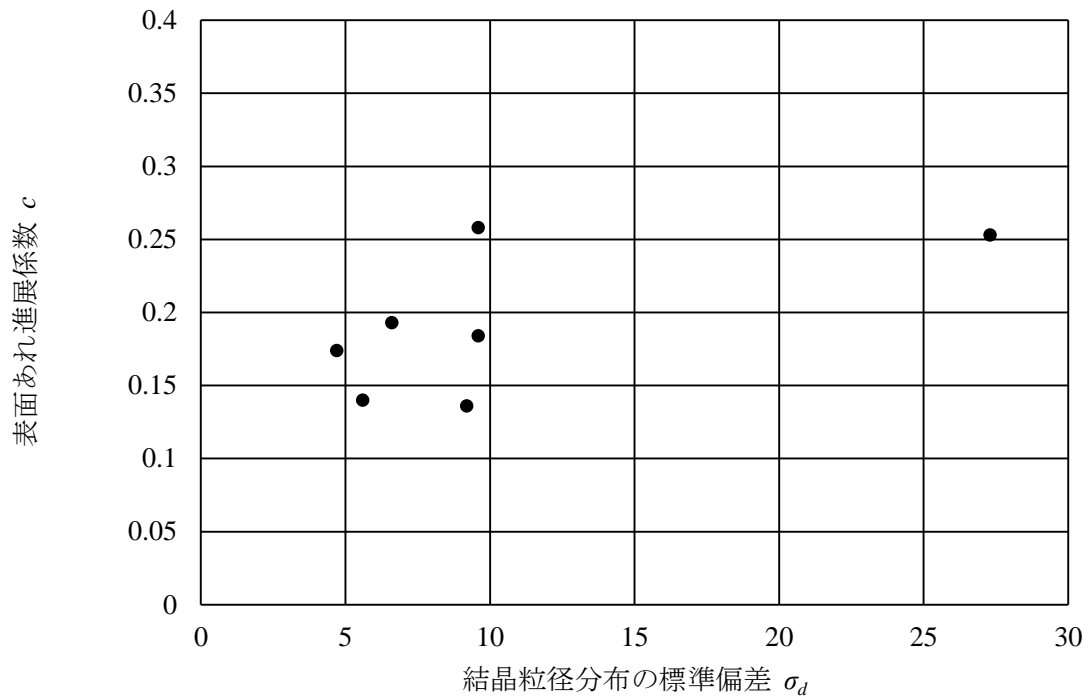


Fig. 3.31 Coefficient of roughening evolution c vs. stdv of grain size distribution σ_d

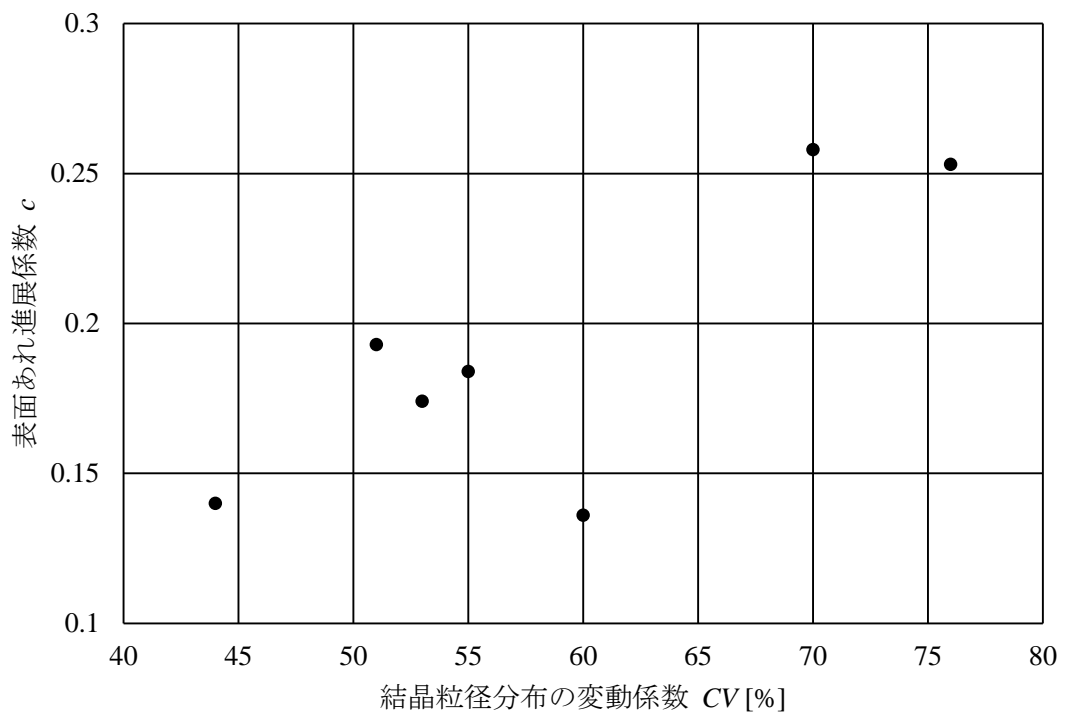
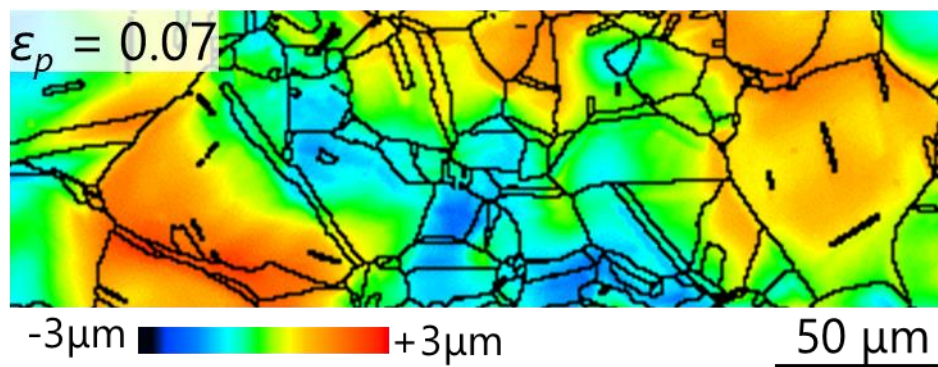
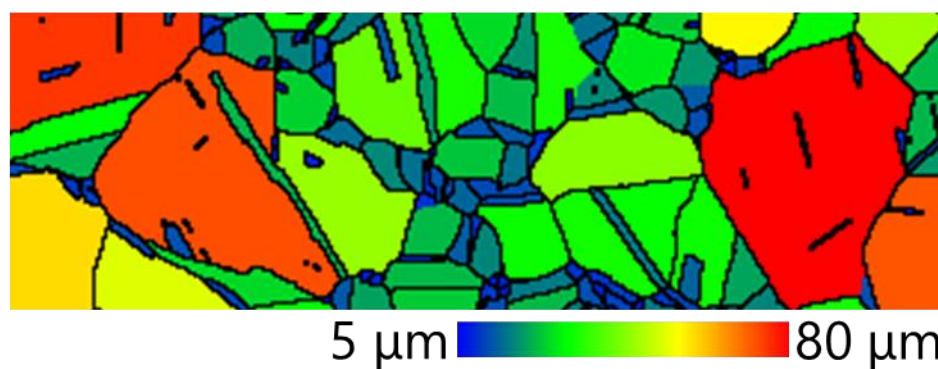


Fig. 3.32 Coefficient of roughening evolution c vs. CV of grain size [%]

C1220 高さマップ+結晶粒界



結晶粒径分布マップ



シュミット因子分布マップ

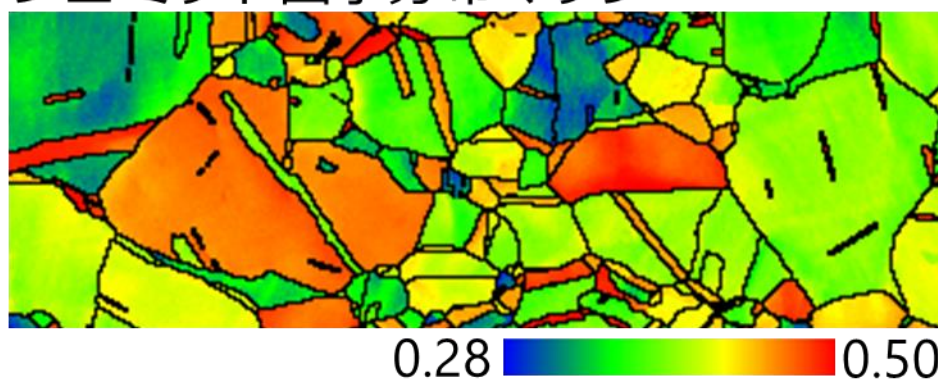


Fig. 3.33 Height map overlapped with grain boundaries, Grain size distribution map and Schmid factor distribution map

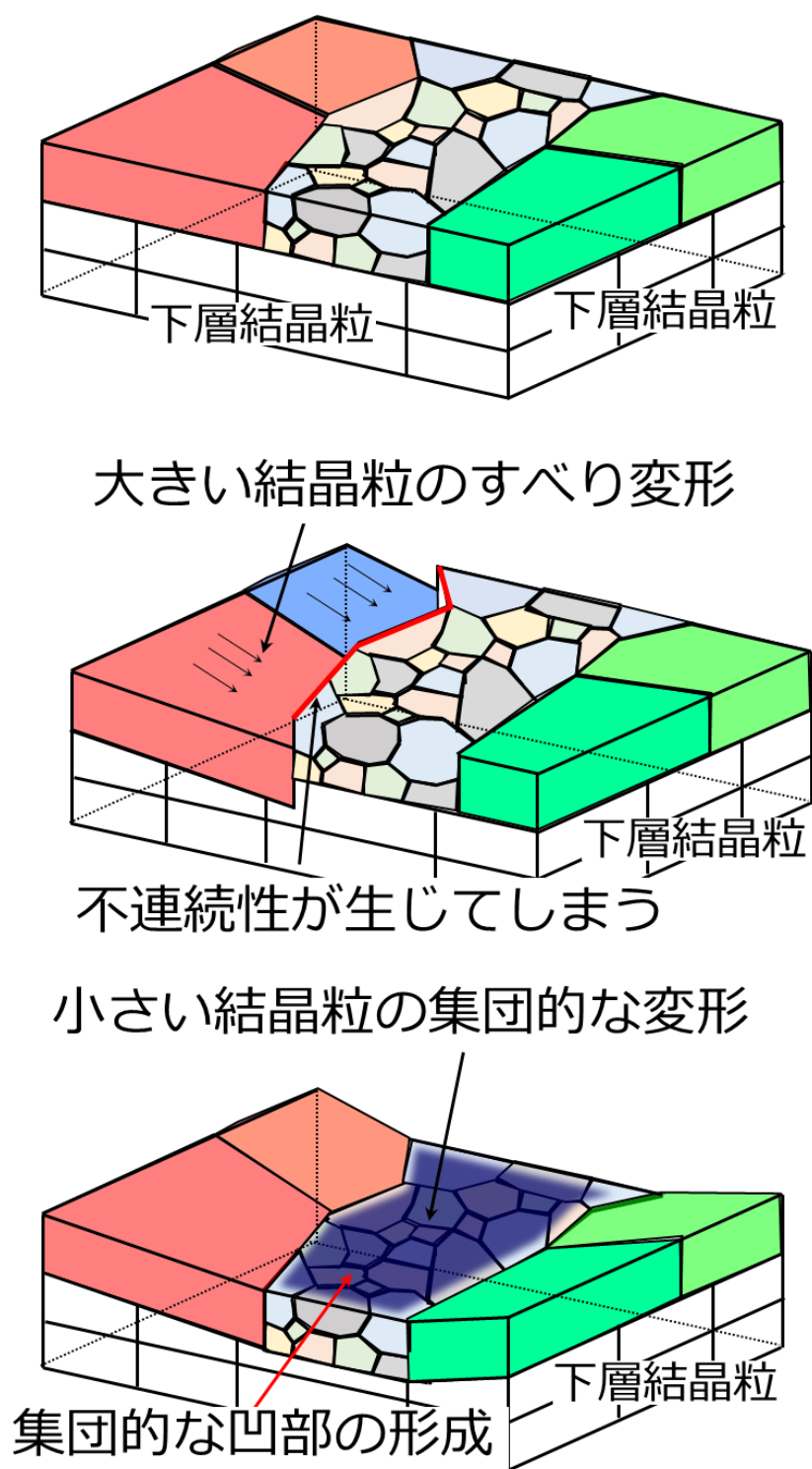


Fig. 3.34 Mechanism of grain size distribution effect

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

3.4.3 表面あれ進展係数に及ぼす結晶回転の影響

次に、表面あれ進展係数に及ぼす結晶粒回転の影響について調査する。Fig. 3.35 は、C1220 の表面あれ進展および結晶組織変化を示している。変形に伴って表面あれ進展していることが高さマップの変化から観察されるが、IPF マップを見ると、結晶組織全体では大きな変化は見られない。Fig. 3.36 は、塑性ひずみに対する平均結晶粒径をプロットしている。Fig. 3.32 から平均結晶粒径に大きな変化は見られていない。一方で、Fig. 3.35 の KAM マップ変化をみると、塑性変形が進むにつれて結晶組織全体で KAM 値が大きくなっていることが観察された。Fig. 3.37 は各ひずみレベルにおける KAM の頻度分布を示している。Fig. 3.37 から、ひずみが大きくなるにつれてピーク位置が KAM の増加方向に移動し、さらにピーク頻度が減少する代わりに、大きい KAM 値の頻度が増加している。以上から、結晶粒径が大きく変化するほどの結晶組織の変化は見られないが、 3° 程度のわずかな結晶方位変化が生じていることがわかる。このことから、結晶粒剛体回転によって表面あれが発生していること、表面あれが発生したことによって結晶粒が傾いたことによって生じた結晶方位差であること、またはひずみの増加に伴う転位密度の増加によって生じている結晶方位差であること 3 つが考えられる。Fig. 3.37 に塑性ひずみに対する観察領域内の KAM の平均値を示す。Fig. 3.37 から、塑性ひずみの増加に伴って KAM の平均値が線形的に増加していることがわかる。これは、GND 転位密度の増加であることを示している。したがって、KAM 値の増加はひずみの増加に伴う転位密度の増加によって生じる粒内方位差の影響である可能性が高く、今回は表面あれに及ぼす結晶粒の回転の影響は小さいことが推測される。

第 3 章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

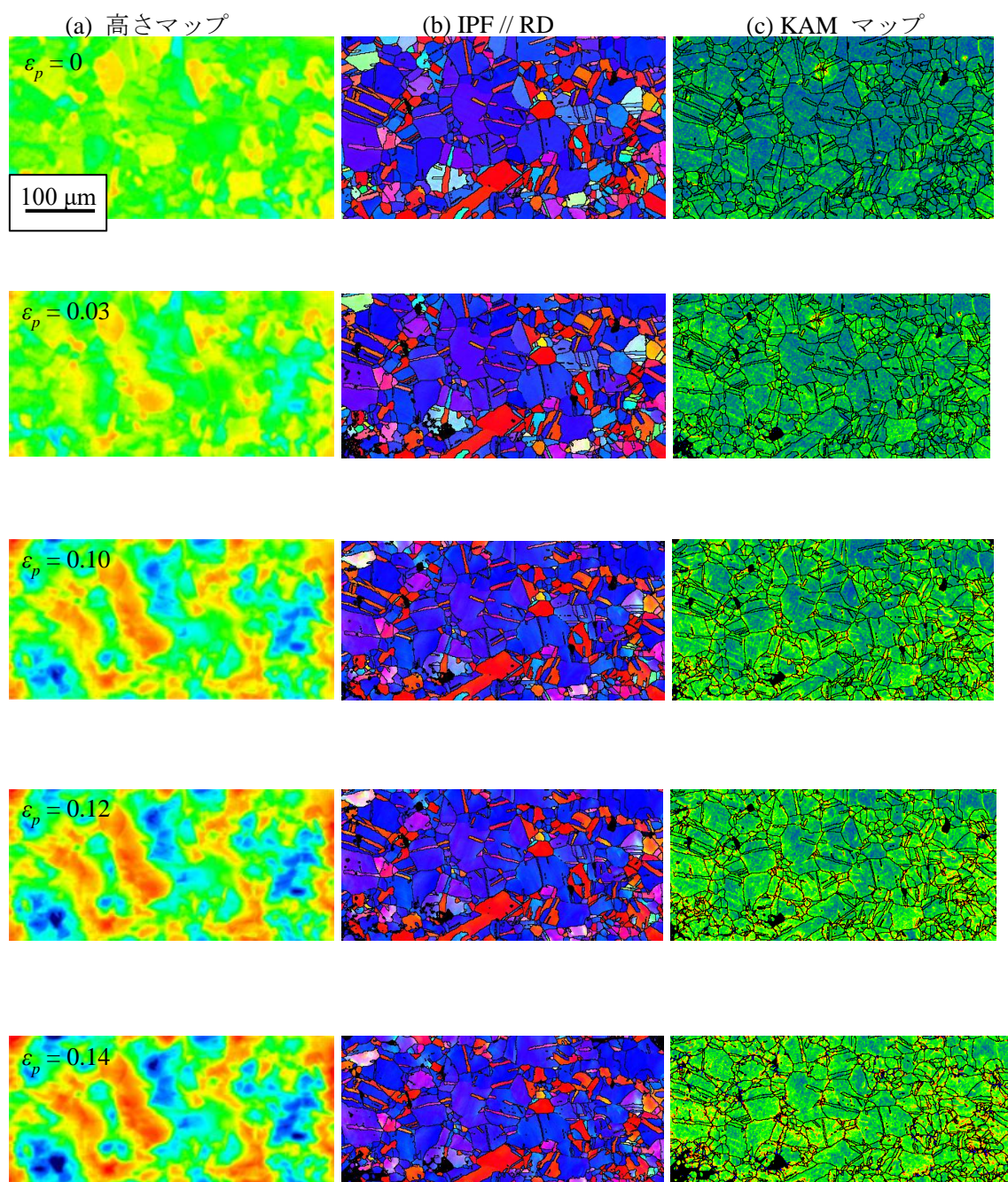


Fig. 3.35 Surface roughening and microstructure evolution of C1220 (a) Height map (b) IPF maps toward tensile direction (c) KAM maps

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

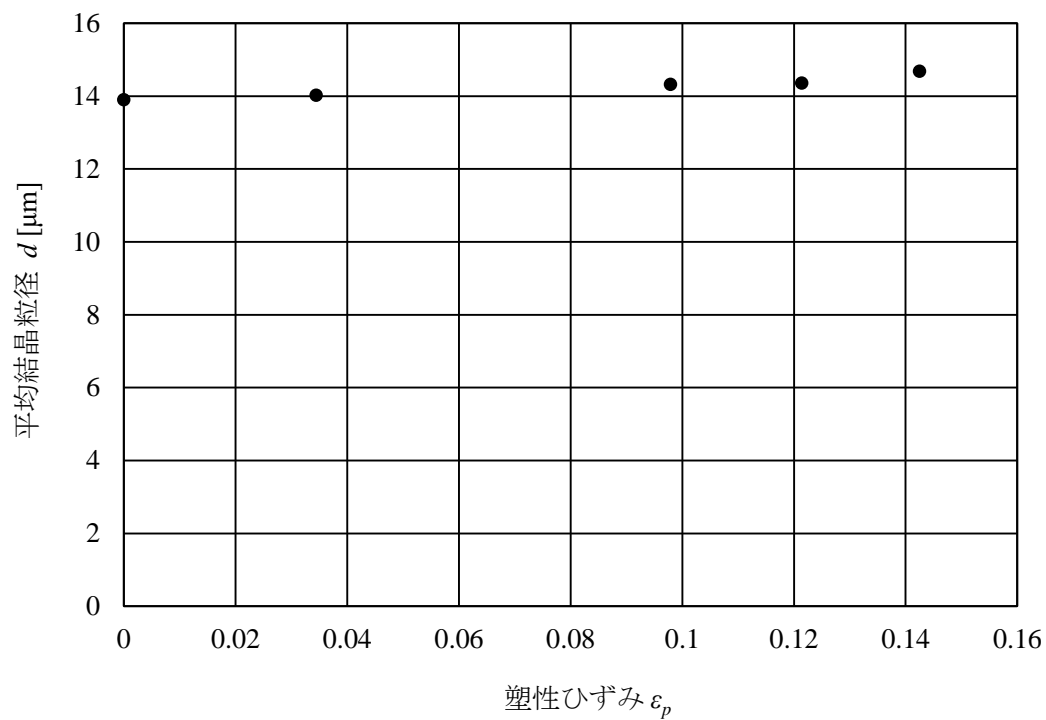


Fig. 3.36 Grain size vs. plastic strain in C1220

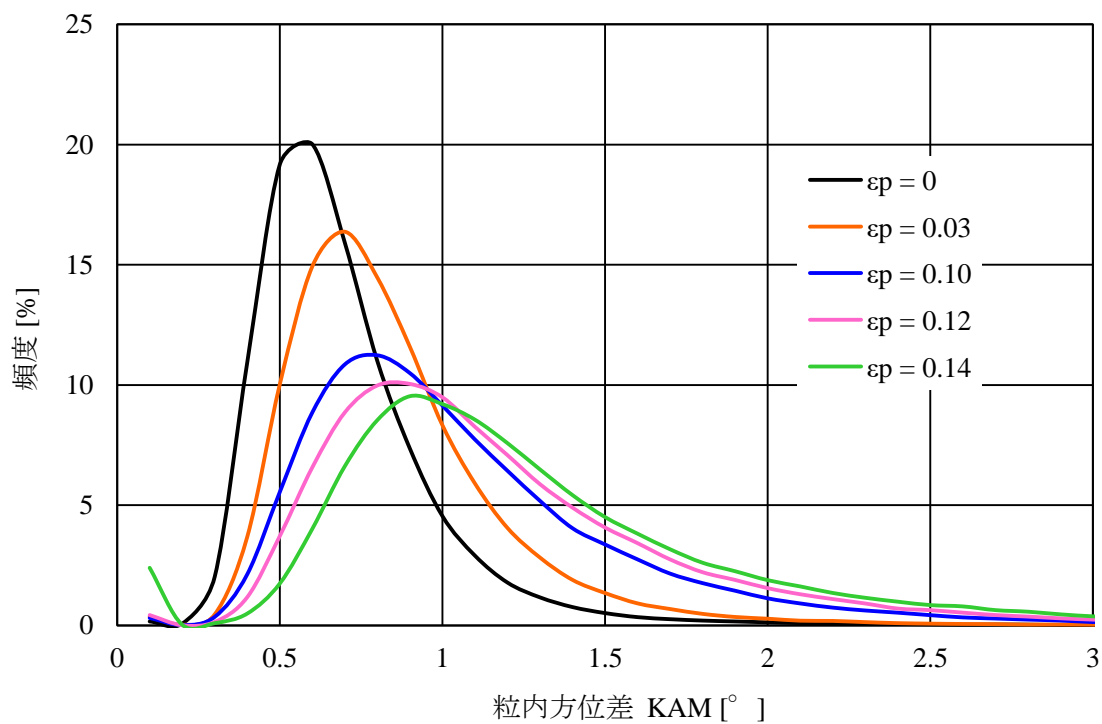


Fig. 3.37 Frequency distribution of KAM of C1220

第3章 表面粗さ増加に及ぼす結晶組織学的影響因子

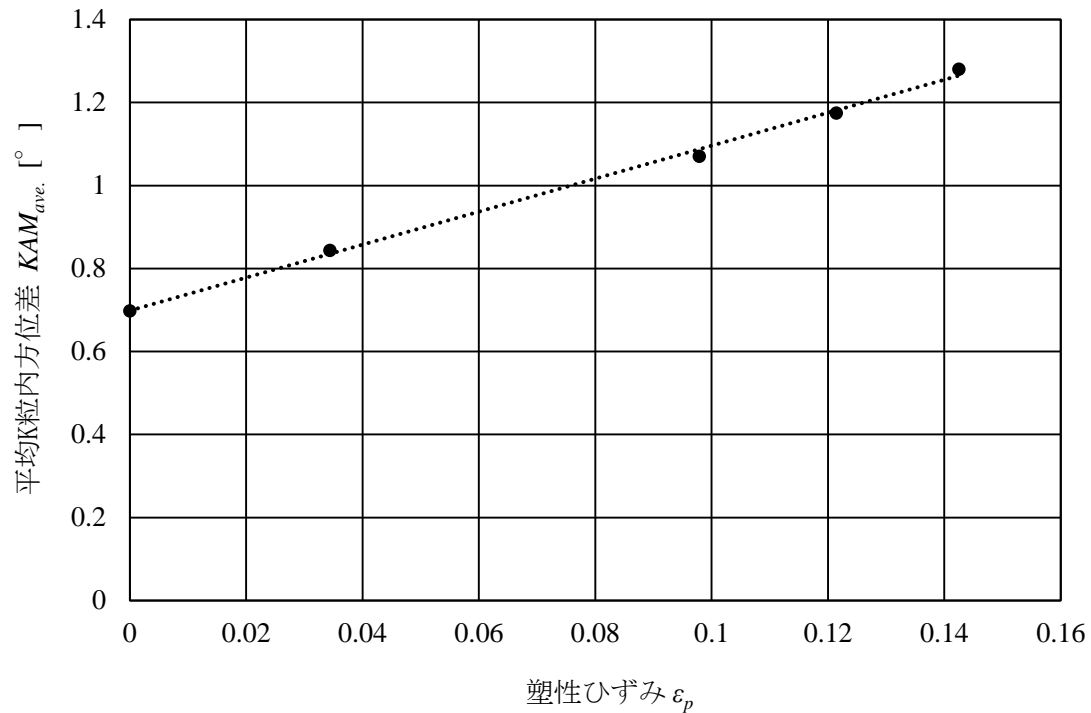


Fig. 3.37 Average KAM value vs. plastic strain

3.6 まとめ

6種類のFCC結晶構造を有する多結晶金属を用いて、結晶組織と表面あれの連続観察を行った。連続観察結果から、表面あれ進展係数に及ぼす結晶組織学的影響因子を明確にした。表面あれ進展係数には、シュミット因子のばらつきと結晶粒径のばらつきの両者が影響していることが明らかとなった。また、結晶粒の回転による表面あれ進展は今回見られなかった。したがって、結晶方位と結晶粒径の分布によって生じる結晶粒の強度の不均一性が表面粗さ増加割合に大きな影響を及ぼしていることが考えられる。

第4章

表面プロファイル形成

に及ぼす結晶方位の影響

4.1 はじめに

本章では，塑性変形に伴う表面あれ進展メカニズムを結晶粒の変形挙動および結晶方位分析に基づいて調査している．多結晶材料の表面あれ挙動は，三次元的な相互作用が生じ，非常に複雑である．そこで，本実験では板厚方向に結晶粒が1層で下層からの影響がなく，周囲の結晶粒の相互作用のみを考えることができる少数結晶試料を用いて連続観察を行い，表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響を調査し，表面あれメカニズムを解明する．

4.2 供試材

本研究では，板厚方向に結晶粒が1層の少数結晶試験片を用いて，実験を行っている．供試材として，A5052P-O 材を使用している．粗大粒試験片の作製方法を以下に示す．本実験では，4種類の試験片を使用しており，それぞれ試験片 A，試験片 B，試験片 C，試験片 D と呼ぶ．これら4つの試験片の区別は後述する．

1. 長方形プレートの作製

A5052-O 材の板厚 0.5 mm 圧延板から，長さ 270 mm ~ 280 mm，幅 40 mm の長方形プレートを裁断機によって作製する．この時，圧延方向が長手方向になるように注意する．長方形プレートの概略図および寸法を Fig. 4.1 に示す．

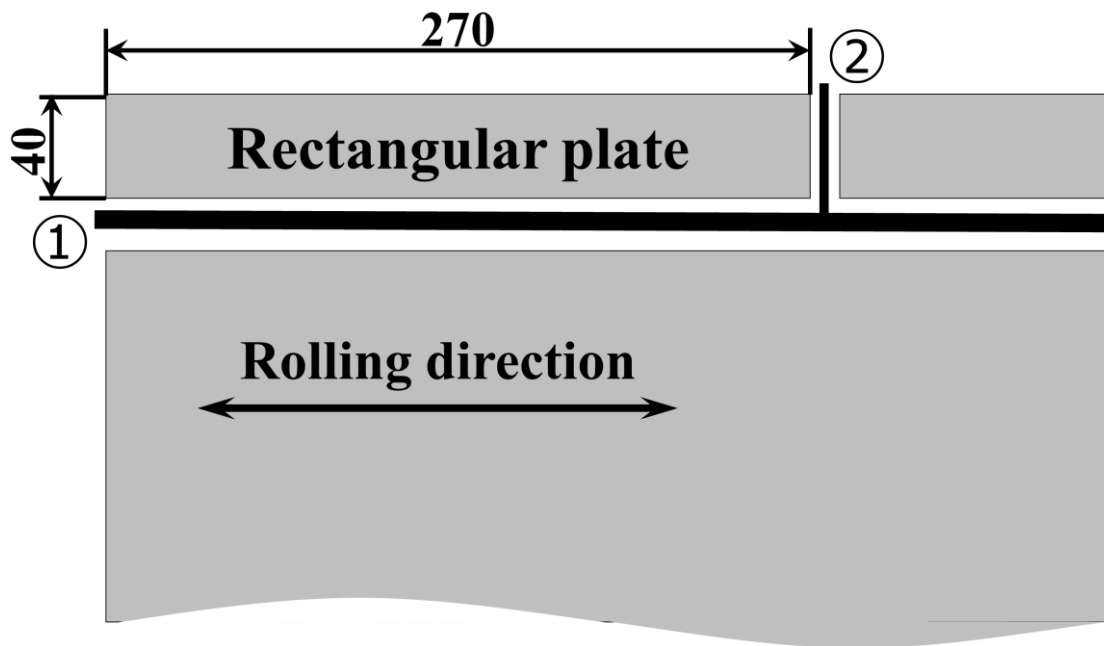


Fig. 4.1 Schematic and dimensions of rectangular plate

2. 予ひずみ用試験片の作製

1 で作製した長方形プレートから，JIS13 号 B の相似形の引張試験片を切り出す．本実験では，放電加工ワイヤーカットを用いて切り出している．試験片の概略図および寸法を Fig. 4.2 に示す．

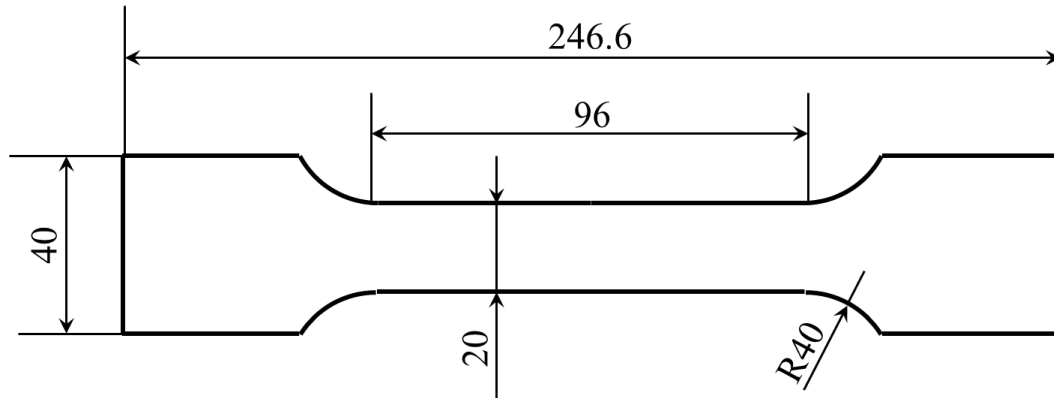


Fig. 4.2 Schematic and dimensions of tensile specimen for pre-strain

3. 予ひずみの負荷

2 で切り出した試験片を用いて引張試験を行い，試験片 A，試験片 B，試験片 C は 10%，試験片 D は 15% の予ひずみを与えたところで試験を中断する．この試験片に後ほど熱処理を施すが，最終的な結晶粒の大きさは，熱処理の温度や時間よりもこの予ひずみの大きさに敏感である．

4. 再結晶化熱処理

ひずみを与えた試験片を，適切な大きさに切り，熱処理を施す．熱処理条件は，昇温速度 15°C/min，保持温度 450°C，保持時間 1 h である．

5. 極小試験片の切り出し

熱処理を施した試験片から，本実験で用いる極小試験片をワイヤーカットによって切り出す．極小単軸引張試験片の概略図および寸法は，Fig. 3.2 と同様である．

この時点で，粗大結晶粒が形成されるが，板厚方向に一層の結晶粒にはなっておらず，およそ二層になることが観察されている（付録 1）．この原因として，表面に近づくにつれて，表面エネルギーが大きくなり，粒成長が阻害されていることが考えられる．したがって，一層の結晶粒試験片を作製するためには，試験片の板厚を少なくとも 0.25 mm 以下まで研削する必要がある．

6. 試験片表（おもて）面の研磨

φ20 程度の研磨治具に 5 で切り出した試験片をロウ付けする。ロウ付けの方法は、まず治具をホットプレート上に置き、100℃ で加熱する。5 ~ 10 分ほど待つと、治具にロウをあてるとロウが溶けるので、ロウを適量延ばす。その上に試料を置き、位置を決めた後、治具ごと冷却する。ロウが固まっていない状態でロウに直接水をかけると凹凸になるので、いきなりロウおよび試料に水をかけず、周りから冷却していく。治具にロウ付けした試験片を、#1200 のエメリー紙で研磨を行う。後の工程で板厚を研削するため、ここではなるべく板厚が小さくならないよう自動研磨機を使わず、手研磨を行う。平らなプレートまたは机の上にエメリー紙を敷き、前後に試料を動かす。表面の傷が一樣になったら終了する。次に、ダイヤモンドスプレー3 μm を用いた琢磨に移る。専用のバフに 3 μm のダイヤモンド砥粒をスプレーし、自動研磨機を用いて研磨を行う。このときの固定法は、治具を用いてもよいし、手で固定してもよい。ただし、手で固定する際は試料表面の平行に十分に気を付ける。試験片が鏡面になり、光学顕微鏡で観察した表面の傷が一樣になったら、そこで終了し、次の工程に移る。

7. 板厚の研削

3 μm ダイヤモンド琢磨が終わったら、再び試験片を治具ごとホットプレートで加熱し、試験片を裏返して再び治具にロウ付けする。ロウ付け後、板厚の研削を行う。自動研磨機を用いて、#400 のエメリー紙で研削する。このとき、試験片に板厚分布ができないように注意して研削しなければならない。自動研磨機を用いる場合、研磨の方法は手で試料を固定する方法と治具を用いて固定する方法の 2 つの方法がある。手で試料を固定する場合、板厚に分布ができていないか試料表面の反射性で確認しながら慎重に行う。研削中、正確な試料の板厚を知りたい場合は、直方体治具ごと試料の板厚をマイクロメータで測定し、その値から初期の厚さを引けばよい。0.10 ~ 0.15 mm の板厚になったら、この研削を終了し、微視組織観察のための研磨に移る。

8. 試験片裏面の研磨

#1200 のエメリー紙で削る。ロウが完全に取ればよいので、表面の状態を頻繁に確かめながら手研磨を行う。このときも、さきほどと同様に自動研磨機を使う必要はない。試料表面に付着しているロウが取れ、傷が一樣になったら、3 μm ダイヤモンド琢磨を行う。やり方は 7 の時と同じである。

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

9. 試験片の超音波洗浄

3 μm ダイヤモンド琢磨が終わったら、再びホットプレートで試料を加熱し、試験片を治具からとる。このとき、試料にロウが付着しているため、無理に拭き取らず、アセトンで超音波洗浄する。20～30 分後には、付着していたロウが取れる。

10. 電解研磨

試験片を治具から取ったら、電解研磨を行う。濃度 60～70%の過塩素酸 HClO_4 と純度 99.5%以上のエタノール を 4 : 45 の割合で混ぜ、電解液を作る。電解液を 0°C ～ 5°C まで氷や保冷剤、液体窒素等を用いて冷やす。電解液が冷えたら、200 ml のビーカーに移し、回転子とカソードの SUS304 薄板をビーカー内に入れる。電解研磨装置の全体写真を Fig. 4.3 に示す。

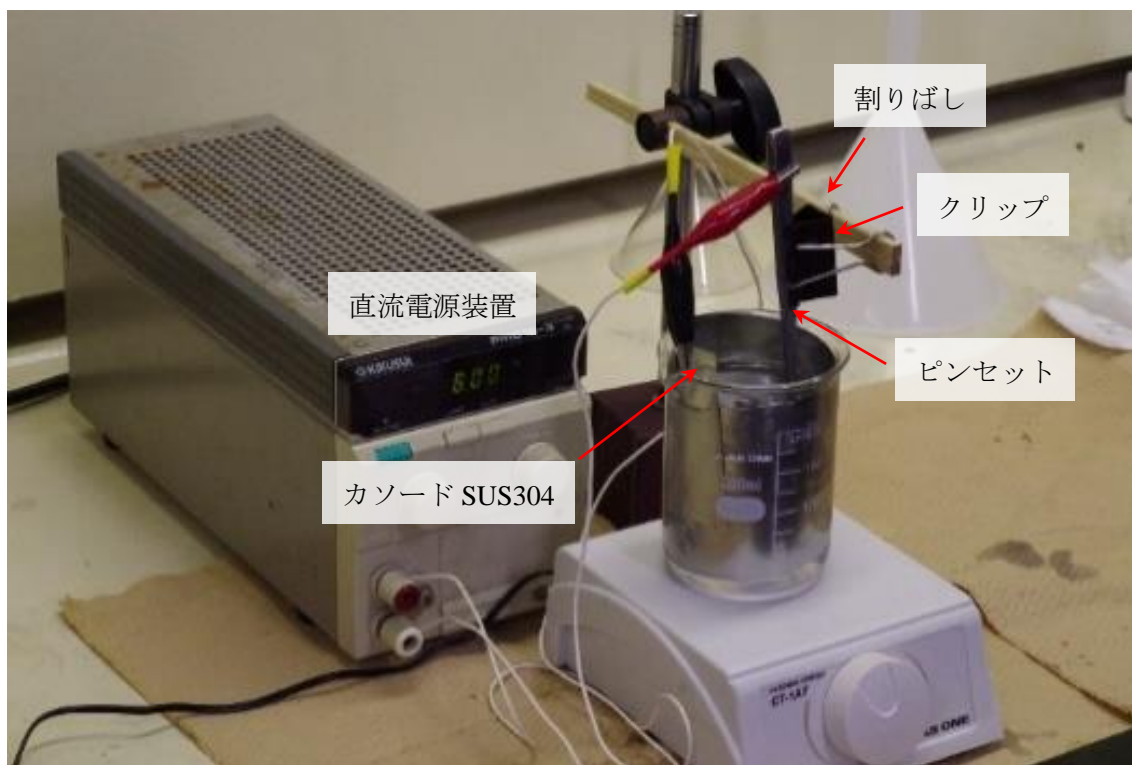


Fig. 4.3 Electrolytic polishing

4.3 実験方法

本実験では、粗大粒試験片を用いて表面あれと微視組織の連続観察を行った。用いた実験装置、顕微鏡は第3章で述べものの同じであるが、結晶組織解析条件、表面あれ観察条件が異なるため、以下で述べる。また、単軸引張試験では第3章同様万能試験機を用いる方法とレーザー顕微鏡下に小型単軸引張試験装置を設置して行うその場観察方法の両者を行った。4.3.3 では、その方法について記述する。

4.3.1 結晶組織解析

結晶組織解析には、第3章で述べたように SEM – EBSD を用いた。観察領域は、試験片の R 部を含めた全体であるが、この理由は以下の二つである。一つは、試験片全体の変形を観察し、マクロな視点での変形挙動を観察するためである。二つ目は、R 部の方位を解析することによって、解析に応用する際、結晶モデルでは R 部の結晶方位を考慮して拘束条件を決める必要があるためである。

さらに、板厚方向に結晶粒が一層であることを確認するために、試験片の両表面を観察している。表面を観察した後、試験片を SEM チャンバーから取り出し、裏面を観察した。そのため、裏面の組織観察結果は表面と上下または左右が逆転するが、以下の結果、考察においてはわかりやすいように修正している。つまり、表面と裏面の上下左右は一致した状態である。観察倍率 30 倍、ステップサイズ 10 μm 程度で解析を行った。SEM の性能上、一度に試験片全体の結晶方位を解析することはできないので、試験片の領域を 4 回に分けて解析した。その 4 枚の画像をつなぎ合わせて一枚の試験片の画像にしているため、多少のずれが存在している場合があるが、以下の考察ではそれが大きく影響することはない。

4.3.2 自由表面あれ観察

表面あれ観察には、レーザー顕微鏡を用いた。結晶組織解析同様、観察領域は肩部を含めた試験片全体である。観察倍率は、20 倍で観察した。本実験では、すべり線の観察を行う必要がある。そのため、20 倍で観察を行っているが、一度にスキャンできる領域は狭い。そのため、70 ~ 100 枚の画像を観察し、その後ソフトウェアを用いて画像を連結している。

4.3.3 単軸引張試験

試験片 A および試験片 B においては、第3章同様 Zwick 社の万能試験機を用いた。その際、Fig. 3.4 の治具を用いた。クロスヘッドスピードは、0.1 mm/s で行った。試験片 A においては、ひずみ 0.05, 0.09, 0.13, 0.20, 0.22 で途中止めを行い、表面あれ観察を行った。試験片 B においては、ひずみ 0.05, 0.10, 0.13 で途中止めを行い、表面あれ観察を行った。また、試験片 B においては、ひずみ 0.10 において結晶組織解析を行った。

次に、試験片 C と試験片 D においては、結晶組織解析後レーザー顕微鏡下でのその場観

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

察を行った。その場観察の様子を Fig. 4.4 (a)に示す。その場観察を行うために、Fig. 4.4 (b)のような小型引張試験装置を用いた。A, B の部分に試験片の両端をチャックする。右のハンドルを回すことによって、ステージが移動し、引張荷重を与えることができる。その場観察によって、連続観察より時々刻々の表面あれ挙動を観察することができ、より詳細に変化を見ていることができる。試験片 C では、ひずみ 0.005, 0.012, 0.018, 0.024, 0.031, 0.041, 0.049, 0.055, 0.068, 0.078, 0.088, 0.096, 0.110, 0.128, 0.148 の計 15 段階において観察を行った。試験片 D においては、0.001, 0.009, 0.017, 0.029, 0.039, 0.045, 0.048, 0.054, 0.058, 0.068, 0.070, 0.078, 0.081, 0.092, 0.098, 0.102, 0.110, 0.113, 0.118, 0.127 の計 22 段階において観察を行った。両試験片とも試験前と試験後には裏面の表面あれの観察を行った。

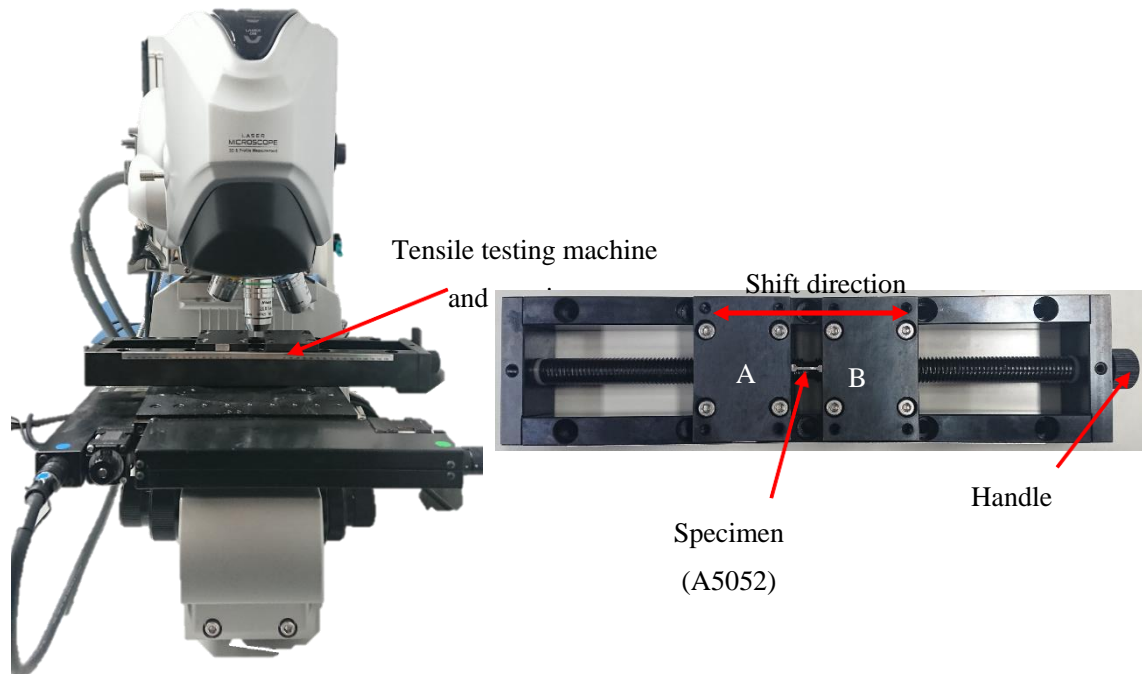


Fig. 4.4 In situ observation of roughening

4.4 少数結晶材料の結晶方位解析および表面あれプロファイル

4.4.1 少数結晶材料の結晶組織

本実験では、結晶粒数の異なる4種類の少数結晶試験片を用いた。各試験片の引張方向に対するIPFマップおよびシュミット因子分布マップをFig. 4.5–Fig. 4.8に示す。また、それぞれの試験片の表面を解析した際の結晶方位 $[uvw]$ と裏面を解析した際の結晶方位 $[uvw]$ をTable 4.1–Table 4.4にまとめる。Fig. 4.5の試験片Aは、標点間内に17個の結晶粒を有していた。平均結晶粒径は、表面が $626\mu\text{m}$ 、裏面が $638\mu\text{m}$ であった。熱処理による優先方位の成長は見られなかった。Fig. 4.5 (a), (b)のIPFマップにおいて、同じ結晶粒番号を有数結晶粒の方位カラーが異なっている。Table 4.1において、試験片Aの結晶粒の上面から解析した結晶方位と下面から解析した結晶方位を比較すると、0.1程度異なるもののすべての結晶粒がほぼ等しい方位を示している。ただし、上面と下面では、試験片が上下反対の向きで観察しているため、上面の u と下面の v 、上面の v と下面の u を比較する。観察したがって、IPFマップの方位カラーの違いは、試験片の板厚が $0.1\mu\text{m}$ 以下のため、試験変位わずかな歪みが生じていたり、EBSDに試験片を設置する際に、微妙なずれが生じたりしたためであると考えられる。結晶粒の形状や位置関係、結晶方位が上面と下面ではほぼ等しいことから、この試験片Aは、板厚方向に一層の結晶粒を有する試験片であることがわかる。

また、Fig. 4.5のシュミット因子分布マップにおいて、試験片Aではシュミット因子の小さい結晶粒はほとんど見られなかった。標点間内の結晶粒において、結晶粒1が最もシュミット因子が小さい。しかし、FCC金属における最小シュミット因子が0.28であることに對して、結晶粒1のシュミット因子は0.43であるため、試験片A内の結晶粒において、シュミット因子の大きな差はない。

Fig. 4.6には、試験片Bの結晶組織解析結果を示している。試験片Bでは、標点間内に38個の結晶粒を有していた。平均結晶粒径は、上面が $367\mu\text{m}$ 、下面が $448\mu\text{m}$ であった。この平均結晶粒径の差は、結晶粒12、結晶粒13、結晶粒21等が上面より下面の方が大きくなっているためである。これは、結晶粒が板厚方向に完全に柱状ではなく、円錐状になっているためであると考えられる。また、上面で観察された結晶粒9、結晶粒10、結晶粒31は下面では観察されなかった。これらの結晶粒は、一層になっていないが、このような比較的小さい結晶粒は、eq. 1の $Ra = c \cdot d \cdot \varepsilon + R_0$ からわかるように表面あれに及ぼす影響は小さいため、今回その影響は無視している。Table 4.2の上面と下面の結晶方位を比較すると、すべての結晶粒においてほぼ等価な結晶方位であることがわかる。したがって、試験片Bも板厚方向に一層の結晶粒を有する試験片であることがわかる。また、Fig. 4.6 (c), (d)において、試験片Bも同様にシュミット因子が小さい結晶粒は少ないが、結晶粒15、結晶粒38のシュミット因子がそれぞれ0.39と0.34で、試験片Aよりは比較的小さいシュミット因子を有する結晶粒が多い。

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

Fig. 4.7 は、試験片 C の結晶組織解析結果を示している。試験片 C は、標点間内に 21 個の試験片を有している (Fig. 4.7 (e))。平均結晶粒径は、 $571\ \mu\text{m}$ であった。同様に Table 4.3 で上面の結晶方位と下面の結晶方位を比較すると、すべての結晶粒で等価な結晶方位を有していることがわかる。したがって、試験片 C も板厚方向に一層の結晶粒を有する試験片である。Fig. 4.7 (c), (d)において、標点間内で比較的シュミット因子の小さい結晶粒は、結晶粒 6, 結晶粒 7, 結晶粒 10, 結晶粒 11 でその値はそれぞれ 0.41, 0.42, 0.41, 0.41 であった。

Fig. 4.8 は、試験片 D の結晶組織解析結果を示している。試験片 D の平均結晶粒径は、上面が $215\ \mu\text{m}$ で下面が $230\ \mu\text{m}$ であった。他の試験片に比べて結晶粒が小さい試験片である。試験片 A に関しても述べたが、IPF マップの方位カラーが上面と下面で異なる結晶粒がいくつか見られる。しかし、Table 4.4 において、上面の結晶方位と下面の結晶方位を比較すると、0.1 程度の差はあるが、ほとんどの結晶粒で等価な方位を有している。これら結晶方位の差は、上述のように試験片のわずかな歪み等によって生じたものであると考えられる。したがって、試験片 D も板厚方向に一層の結晶粒を有する試験片であると言える。



Fig. 4.5 Microstructure of oligocrystal specimen A (a) IPF map of top view toward tensile direction (b) IPF map of bottom view toward tensile direction (c) Schmid factor distribution map of top view toward tensile direction (d) Schmid factor distribution map of bottom view toward tensile direction



Fig. 4.5 (e) Grain number of specimen C

Table 4.1 Comparison of crystal orientation between top view and bottom view in Specimen

No.	Top orientation ^A			Bottom orientation		
	u	v	w	u	v	w
1	-0.7	0.7	-0.1	-0.7	0.7	0.0
2	0.7	0.6	-0.4	-0.6	-0.7	0.3
3	-0.3	0.9	-0.1	-0.9	0.4	0.0
4	-0.9	0.1	0.4	-0.2	0.9	-0.5
5	0.7	0.2	-0.7	-0.2	-0.8	0.6
6	-0.6	0.8	0.2	0.6	0.8	-0.3
7	0.9	0.4	-0.3	-0.4	-0.9	0.2
8	-0.9	-0.2	0.4	0.3	0.8	-0.5
9	-0.3	0.8	-0.5	-0.8	0.3	0.4
11	-0.2	-0.8	0.6	0.8	0.2	-0.6
13	0.3	-0.9	0.1	0.9	-0.4	-0.2
14	0.5	0.8	-0.2	-0.9	-0.5	0.1
15	0.1	0.9	-0.4	-1.0	-0.1	0.3
16	0.2	-0.9	0.4	0.9	-0.2	-0.4
17	-0.3	0.9	-0.1	-0.9	0.3	-0.1

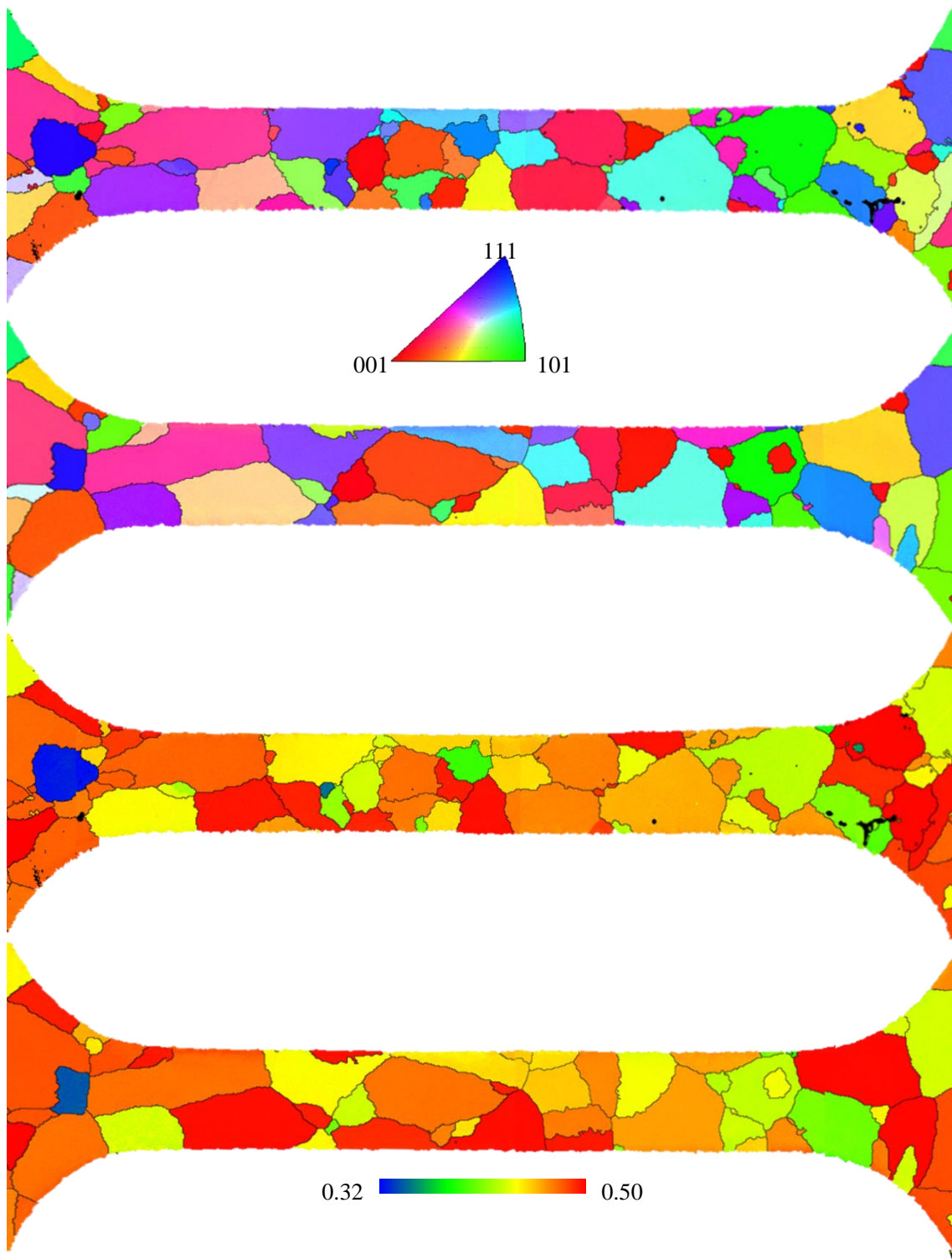


Fig. 4.6 Microstructure of oligocrystal specimen B (a) IPF map of top view toward tensile direction (b) IPF map of bottom view toward tensile direction (c) Schmid factor distribution map of top view toward tensile direction (d) Schmid factor distribution map of bottom view toward tensile direction

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

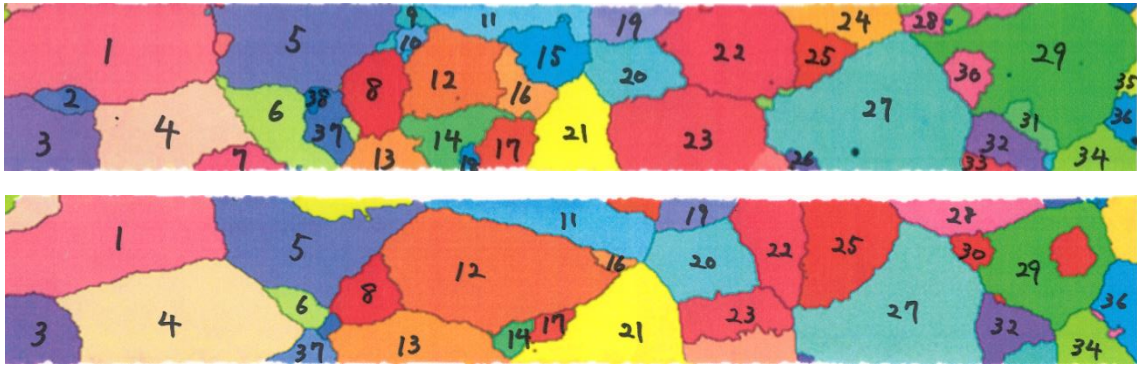


Fig. 4.6 (e) Grain number of specimen B

Table 4.2 Comparison of crystal orientation between top view and bottom view in Specimen B

No.	Top orientation			Bottom orientation		
	u	v	w	u	v	w
1	0.9	-0.2	-0.3	-0.2	0.9	-0.3
3	-0.4	-0.8	0.4	-0.8	-0.4	0.4
4	-0.2	0.9	-0.4	0.9	-0.2	-0.4
5	0.8	-0.5	-0.4	-0.5	0.8	-0.3
6	-0.5	0.9	-0.1	0.9	-0.5	-0.1
8	1.0	0.0	-0.1	0.0	1.0	-0.1
11	0.3	0.6	-0.8	0.6	0.3	-0.8
12	1.0	0.0	-0.2	0.0	1.0	-0.2
13	-0.3	1.0	0.1	1.0	-0.3	0.1
14	0.1	0.8	-0.6	0.8	0.2	-0.6
16	-0.9	-0.3	0.1	-0.3	-1.0	0.1
17	0.0	1.0	-0.1	0.0	1.0	-0.1
19	-0.8	0.5	-0.3	0.5	-0.8	-0.3
20	0.6	-0.7	0.3	-0.8	0.6	0.3
21	-0.4	0.9	0.0	0.9	-0.4	0.0
22	0.2	-1.0	0.2	-1.0	0.2	0.2
23	0.1	1.0	-0.2	1.0	0.1	-0.2
25	0.0	-1.0	0.1	-1.0	0.0	0.1
27	-0.8	-0.6	0.3	-0.6	-0.8	0.2
28	0.9	-0.3	-0.3	-0.3	0.9	-0.3
29	0.7	-0.7	0.0	-0.7	0.7	0.0
30	1.0	-0.2	-0.2	0.2	-1.0	0.1
32	0.4	0.8	-0.4	0.8	0.4	-0.4
34	-0.6	0.8	0.0	0.8	-0.6	0.0
36	0.6	0.7	-0.4	0.7	0.6	-0.4
37	-0.4	-0.8	0.5	-0.8	0.3	0.5

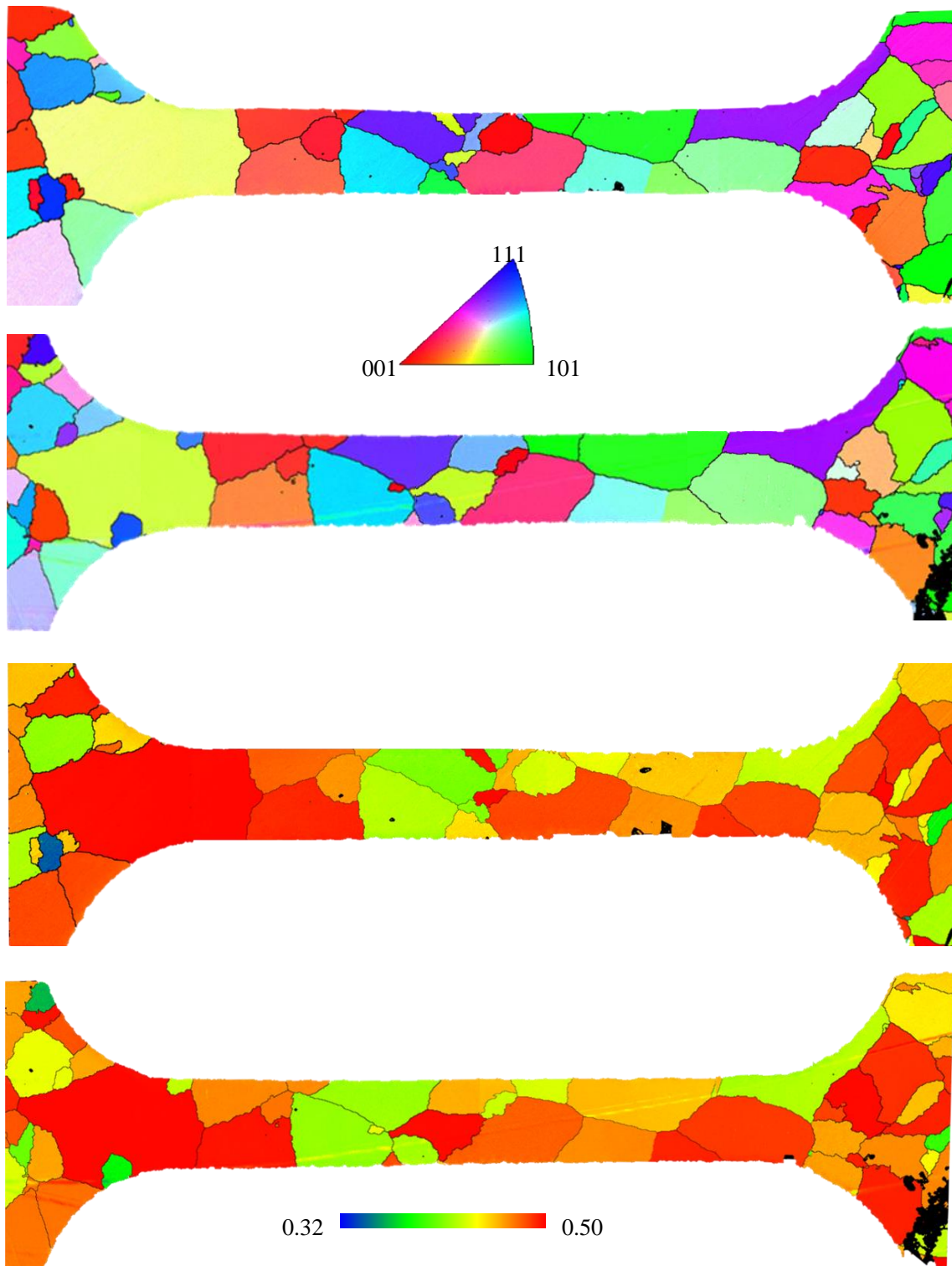


Fig. 4.7 Microstructure of oligocrystal specimen C (a) IPF map of top view toward tensile direction (b) IPF map of bottom view toward tensile direction (c) Schmid factor distribution map of top view toward tensile direction (d) Schmid factor distribution map of bottom view toward tensile direction

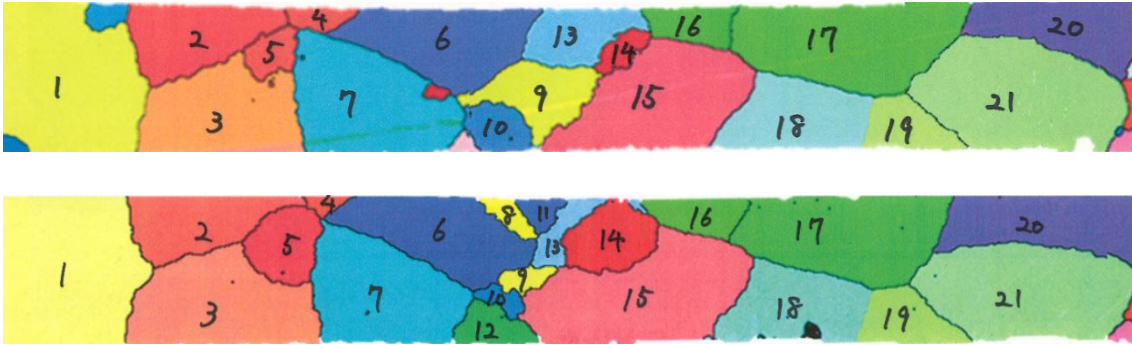


Fig. 4.7 (e) Grain number of specimen C

Table 4.3 Comparison of crystal orientation between top view and bottom view in Specimen C

No.	Top orientation			Bottom orientation		
	u	v	w	u	v	w
1	-0.9	0.5	0.1	0.5	-0.9	0.1
2	0.2	-1.0	-0.1	-1.0	0.2	-0.1
3	-0.3	-0.9	0.1	-0.9	-0.3	0.1
4	1.0	-0.1	-0.2	-0.1	1.0	-0.2
5	-0.2	-1.0	0.1	-1.0	-0.2	0.1
6	-0.4	0.8	-0.5	0.8	-0.4	-0.5
7	0.7	0.7	-0.3	0.7	0.7	-0.3
9	-0.1	0.9	-0.4	0.9	-0.1	-0.5
10	-0.7	-0.4	0.6	-0.4	-0.7	0.5
13	0.8	-0.5	-0.3	-0.6	0.8	-0.3
14	-1.0	0.0	0.1	0.1	-1.0	0.0
15	-0.9	0.2	0.3	0.2	-0.9	0.3
16	0.0	0.7	-0.7	0.7	0.0	-0.7
17	0.6	-0.8	-0.1	-0.8	0.6	-0.1
18	-0.6	0.8	-0.2	0.8	-0.6	-0.3
19	-0.5	0.8	-0.1	0.8	-0.5	-0.1
20	0.8	-0.4	-0.4	-0.4	0.8	-0.4
21	0.5	-0.8	-0.2	-0.8	0.5	-0.2

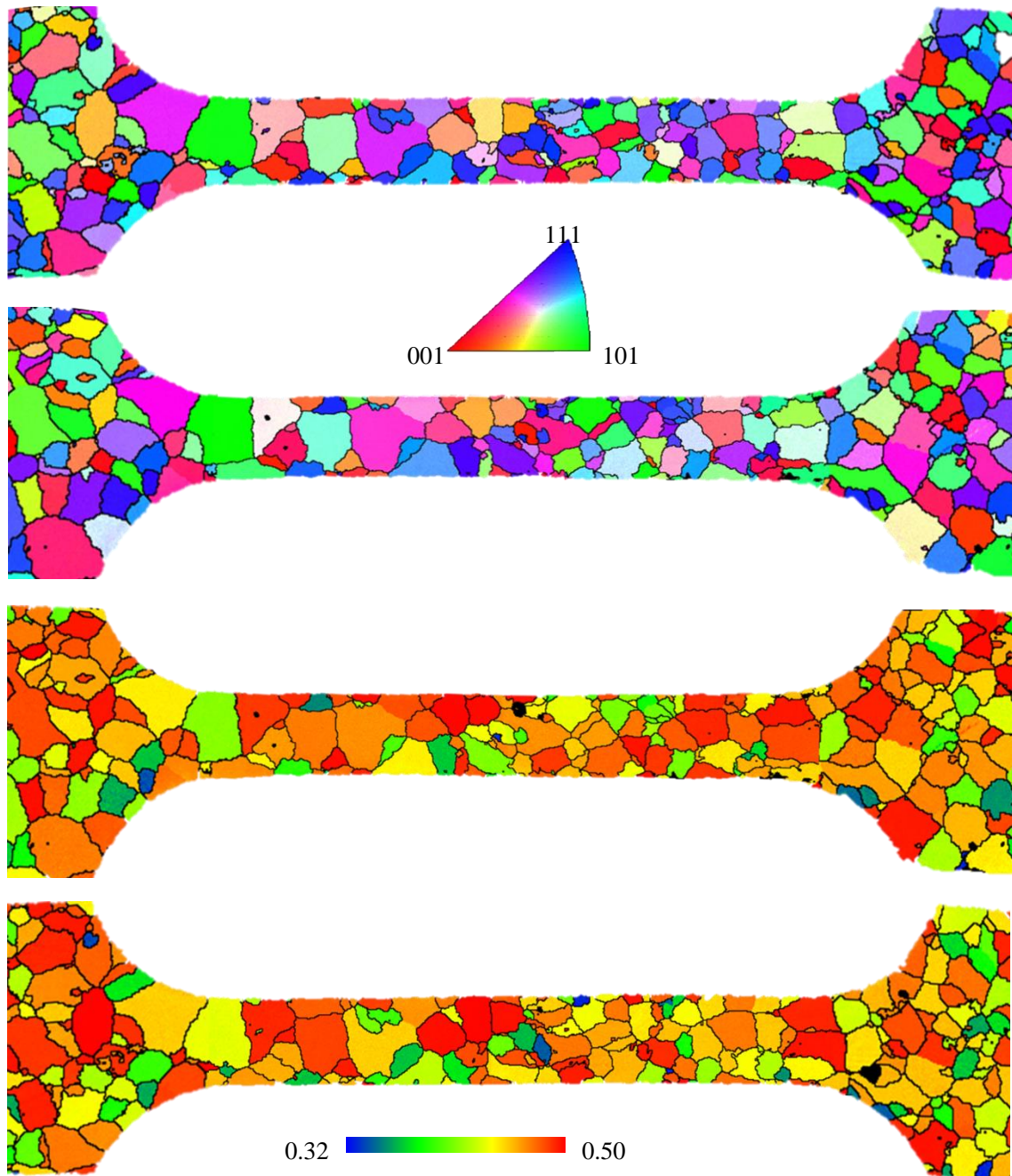


Fig. 4.8 Microstructure of oligocrystal specimen D (a) IPF map of top view toward tensile direction (b) IPF map of bottom view toward tensile direction (c) Schmid factor distribution map of top view toward tensile direction (d) Schmid factor distribution map of bottom view toward tensile direction

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

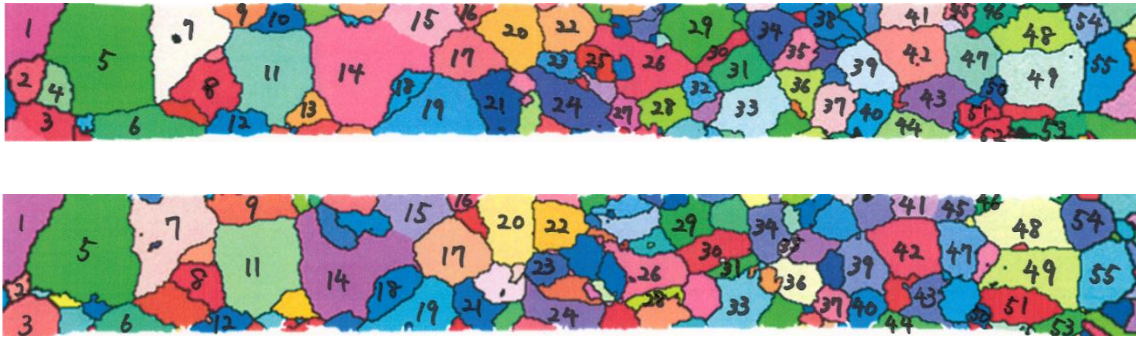


Fig. 4.8 (e) Grain number of specimen D

Table 4.4 Comparison of crystal orientation between top view and bottom view
in Specimen D

No.	Top orientation			Bottom orientation		
	u	v	w	u	v	w
1	-0.9	0.3	0.3	-0.3	0.9	-0.4
2	0.3	-0.9	-0.2	0.9	-0.3	0.2
3	-0.9	-0.2	0.3	0.2	0.9	-0.3
5	0.0	-0.7	0.7	0.0	-0.7	0.7
6	-0.6	0.8	0.1	-0.8	0.6	-0.2
7	0.2	0.9	-0.5	-0.9	-0.2	0.4
8	-0.2	1.0	-0.2	-1.0	0.2	0.2
9	-0.1	1.0	-0.3	-1.0	0.1	0.2
11	0.8	-0.2	-0.6	0.2	-0.8	0.5
12	0.7	0.4	-0.6	-0.5	-0.7	0.6
14	0.3	-0.9	0.4	0.9	-0.3	-0.4
15	0.3	-0.9	0.4	0.9	-0.3	-0.4
16	-0.9	0.3	0.1	-0.3	0.9	-0.2
17	-0.2	-0.9	0.3	0.9	0.2	-0.4
18	-0.7	-0.6	0.4	0.6	0.6	-0.4
19	-0.8	0.3	0.6	-0.6	-0.3	0.7
20	0.4	-0.9	0.1	0.9	-0.4	-0.1

Table 4.4 Comparison of crystal orientation between top view and bottom view
in Specimen D

No.	Top orientation			Bottom orientation		
	u	v	w	u	v	w
22	0.9	-0.4	-0.1	0.3	-0.9	0.0
23	-0.5	0.8	0.3	-0.8	0.5	-0.4
24	-0.4	0.8	-0.4	-0.8	0.4	0.3
26	-0.9	0.2	0.3	-0.2	0.9	-0.3
28	0.8	-0.5	-0.1	0.5	-0.9	0.0
29	0.7	-0.7	0.0	0.7	0.7	-0.1
30	1.0	-0.2	-0.2	0.2	-1.0	0.1
31	-0.8	0.6	-0.2	-0.6	0.8	0.1
33	0.2	-0.8	0.5	0.8	-0.3	-0.6
34	0.8	0.5	-0.4	-0.5	-0.8	0.3
35	-0.9	-0.3	0.4	0.3	0.9	-0.4
36	-0.9	0.5	0.1	-0.5	0.9	-0.2
37	0.9	0.2	-0.4	-0.2	-0.9	0.4
39	-0.4	0.7	-0.7	0.5	0.8	-0.3
40	-0.9	-0.4	0.2	-0.7	0.4	0.6
41	0.2	0.9	-0.3	0.5	0.9	-0.3
43	-0.8	0.3	0.4	-0.4	0.8	-0.5
44	-0.6	-0.7	0.2	0.8	0.1	-0.6
45	-0.9	0.3	0.2	0.5	0.9	-0.3
46	0.7	0.7	-0.2	-0.7	-0.7	0.1
47	-0.5	0.8	0.2	0.5	0.8	-0.3
48	-0.5	0.9	0.1	-0.9	0.5	-0.2
49	0.5	0.8	-0.2	0.5	-0.9	0.1
51	1.0	0.2	-0.2	-1.0	0.1	0.1
53	0.7	0.7	-0.2	-0.8	-0.7	0.1
54	-0.5	-0.8	0.3	0.8	0.5	-0.4
55	0.6	0.7	-0.4	0.6	-0.8	0.3

4.4.2 少数結晶材料における自由表面あれ挙動

試験片 A, B, C, D の塑性変形に伴う表面プロファイル変化を Fig. 4.9 – Fig. 4.13 に示す。Fig. 4.9 (a)は、試験片 A の上面の表面性状変化（上）および高さマップ変化（下）、Fig. 9 (b)は、試験片 A の下面の表面性状変化（上）および高さマップ変化（下）、Fig. 4.9 (c), (d)は(a), (b)に対応する上面と下面の 3D の高さマップを示している。Fig. 4.9 (a)の表面性状の両端に見える黒い領域は、変位を測定するために付けたマーカーである。Fig. 4.10 (a)は、試験片 B の上面の表面性状変化（上）および高さマップ変化（下）、Fig. 4.10 (b)は、試験片 B の下面の表面性状変化（上）および高さマップ変化（下）、Fig. 4.10 (c), (d)は(a), (b)に対応する上面と下面の 3D の高さマップを示している。Fig. 4.11 (a)は、試験片 C の表面性状変化（上）および高さマップ変化（下）、Fig. 4.11 (b)は、(a)に対応する 3D の高さマップを示している。試験片 C は、その場観察であるため、試験片の上面のみを観察している。また、試験片 A, B に比べて小さなひずみレベルで観察することができる。Fig. 4.12 (a)は、試験片 D の表面性状変化（上）および高さマップ変化（下）、Fig. 4.12 (b)は、(a)に対応する 3D の高さマップを示している。試験片 D も試験片 C と同様にその場観察であるため、試験片の上面のみを観察している。ただし、試験片 C とは、標点間内の結晶粒数が異なる。さらに、Fig. 4.13 には、各少数結晶試験片の真ひずみに対する表面粗さ Ra の増加、Fig. 4.14 には eq. 1 の $Ra = c \cdot d \cdot \varepsilon + R_0$ に基づいて整理した $(Ra - R_0) / d$ の真ひずみに対する増加を示している。試験片の高さマップを見ると (Fig. 4.9 (a)–Fig. 4.12 (a))、すべての試験片で塑性変形に伴う表面あれ進展が観察された。表面のあれかたは、第 3 章で示した多結晶材料の表面あれ (Fig. 3.12) に比べてシンプルになっていた。また、Fig. 4.13 からわかるように、多結晶材料のときと同様にひずみに対する表面粗さの線形的な増加が見られた。そのため、少数結晶材料でも多結晶材料の表面あれと同様のメカニズムで生じてることが予想できる。Fig. 4.14 から、各少結晶試験片の表面あれ進展係数を求めると、試験片 A の上面が 0.016、下面が 0.017、試験片 B の上面が 0.11、下面が 0.090、試験片 C が 0.035、試験片 D が 0.11 であった。A5052 の多結晶材料の場合、0.14 であるため、少数結晶試験片は、多結晶材料より表面あれ進展係数 c が小さくなることがわかる。試験片 A、試験片 B において、上面と下面で表面あれ進展係数 c の値が異なっている。少数結晶試験片の結晶粒は板厚方向に完全に柱状ではなく、円錐型になっており、それによって上面と下面で結晶粒径の分布が異なる。少数結晶試験片の場合、その影響が大きく出ていることが原因であると考えられる。

試験片 A において、Fig. 4.9 (a)を Fig. 4.5 (a)の IPF マップと比較すると、結晶粒 3 と結晶粒 6 の境界、結晶粒 9 と結晶粒 11 の境界で目立った凸部が観察された。また、結晶粒 6 の左上、結晶粒 8 と結晶粒 9 の境界で目立った凹部が形成されていた。試験片 B において、Fig. 4.10 (a)を Fig. 4.6 (a)の IPF マップと比較すると、結晶粒 1 と結晶粒 3, 4 の結晶粒界、結晶粒 1, 4, 6 の三重点、結晶粒 19 と結晶粒 20 の結晶粒界、結晶粒 20 と結晶粒 21 の結晶粒界、結晶粒 27 と結晶粒 22–25 の結晶粒界で目立った凹凸が観察された。試験片 C におい

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

て、Fig. 4.11 (a)を Fig. 4.7 (a)の IPF マップと比較すると、結晶粒 1 と結晶粒 2 の粒界、結晶粒 2 と結晶粒 3 の粒界、結晶粒 3, 5 と 7 の粒界、結晶粒 6 と 7 の粒界、結晶粒 17 と結晶粒 18 の粒界で大きな凹凸が観察された。試験片 D においては、ほかの試験片に比べ表面の凹凸が複雑に形成されていた。これは、結晶粒径がほかの試験片に比べて小さいためである。しかし、結晶粒 5 と結晶粒 9 の粒界、結晶粒 107 と結晶粒 108 の粒界など、ほかの試験片と同様に粒界上での凹凸が観察された。このように表面の凹凸は、結晶粒界または横方向（側面に垂直な方向）の自由表面で形成されていることがわかる。これは、表面の凹凸が結晶粒一つ一つに対応していることを表しており、つまり表面凹凸形成には、結晶方位や化粧粒径などの結晶粒の個々の性質が大きく影響することを示している。

次に、試験片 A と試験片 B において、上面と下面の表面あれ挙動を比較する。試験片 A において、Fig. 4.9 (a)と Fig. 4.9 (b)を比較すると、Fig. 4.9 (a)の結晶粒 3 と結晶粒 6 の境界で形成されている凸部が、Fig. 4.10 (b)では大きな凹部となっていることがわかる。Fig. 4.9 (a)では、結晶粒 8 と結晶粒 9 の粒界で大きな凹部が形成されていることが観察されたが、Fig. 4.9 (b)では、大きな凸部を形成している。Fig. 4.9 (a)の結晶粒 9 と結晶粒 11 の粒界で形成されている凸部は、Fig. 4.9 (b)では凹部を形成している。試験片 B において、Fig. 4.8 (a)の上面と (b)の下面の高さマップを比較すると、Fig. 4.8 (a)の結晶粒 1 と結晶粒 3, 4 の境界で形成されている凸部が、Fig. 4.10 (b)では大きな凹部となっていることがわかる。また、Fig. 4.10 (a)の結晶粒 19 と結晶粒 20 の粒界でも大きな凹部が形成されていることが観察されたが、Fig. 4.10 (b)では、大きな凸部を形成している。ただし、高さマップのスケールを見ると、Fig. 4.9 (a)の上面では、 $-14\ \mu\text{m} \sim 14\ \mu\text{m}$ であるのに対して、Fig. 4.9 (b)の下面では $-10\ \mu\text{m} \sim 11\ \mu\text{m}$ となっており、凸部、凹部ともに下面のスケールの方が上面のスケールより小さくなっていることがわかる。この明確な原因は明らかにできていないが、試験片の板厚が薄いことによるわずかなうねりによって数マイクロの差が生じていると考えられる。今回の場合、表面あれのスケールが十数ミクロンスケールで生じているため、この差については議論しない。以上のことから、板厚方向に一層の結晶粒を有する試験片の場合、上面と下面の表面あれは符号が反対の同じパターンで形成されていることがわかる。したがって、表面の凹凸は板厚の局所的な減少ではなく、結晶粒が傾くことによって形成されていることが明らかにされた。

次に、各少数結晶試験片の表面あれプロファイルの変化に注目する。試験片 A において、Fig. 4.9 (a)の塑性ひずみ $\varepsilon_p = 0.05$ のときの高さマップと塑性ひずみ $\varepsilon_p = 0.22$ のときの高さマップを比較すると、凹凸の大きさは当然異なるが、その凹凸パターンは同じであることがわかる。さらに、試験片 C において、Fig. 4.11 (a)の塑性ひずみ $\varepsilon_p = 0.005$ のときの高さマップと塑性ひずみ $\varepsilon_p = 0.15$ のときの高さマップを比較すると、試験片 A の場合と同様に凹凸のスケールは異なるが、パターンは同じであった。この傾向は、試験片 B および試験片 D でも同様に観察されている。このように、表面あれプロファイルは塑性変形開始時または塑性変形の初期のひずみレベルですでに形成される。したがって、表面プロファイル形成には、初期の結晶粒の性質（結晶方位、結晶粒径等）が大きな影響を及ぼしていることが示される。

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

次に、標点間内の結晶粒の数の違いによる表面あれ挙動に注目する。試験片 A および試験片 C の標点間内には、結集粒がそれぞれ 17 個、21 個ある。一方で、試験片 D の標点間内には結晶粒が 55 個ある。試験片 A において、Fig. 4.9 (a), (b)を見ると、結晶粒と凹凸の対応関係が 1 対 1 となっておりわかりやすく、また凹凸の数は数個に分類することができる。試験片 C においても同様に、Fig. 4.17 (a)を見ると、結晶粒と凹凸の対応関係が明白であり、凹凸の分類も容易である。一方で、試験片 D において、Fig. 4.12 (a)を見ると、結晶粒一つ一つと凹凸の関係はわかりにくい。また、上記二つの試験片に比べ、凹凸の形成が複雑である。これは、結晶粒数が多いことによって、隣接する結晶粒同士の相互作用が活発になり、結晶粒三次元的変形挙動が複雑化していると考えられる。したがって、表面あれメカニズムを考える際、相互作用の少ない単純な表面あれ形成メカニズムと相互作用による複雑な表面あれ形成メカニズムを区別して考えていく必要がある。

以上のことをまとめると、表面あれの凹凸は結晶粒一つ一つの三次元的変形に対応しており、局所的な板厚減少ではなく結晶粒が傾くことによって生じていることが示された。さらに、変形初期でプロファイルが形成されていることから、表面あれ進展には初期の結晶粒の性質が大きな影響を及ぼしていることが示される。また、表面あれ形成には、結晶粒一つ一つの単純な変形と複雑な相互作用の 2 つが存在することが明らかとなった。したがって、表面あれメカニズム解明には、初期の結晶方位と結晶粒の変形および相互作用を考えなければならない。第 3 章でも述べているが、結晶粒の塑性変形はすべり変形である。すべり変形には、結晶方位が強く影響している。シュミット因子はすべり変形の抵抗力に直接影響を及ぼす。そこで、次節ではシュミット因子および表面プロファイルを比較し、その影響を調査する。

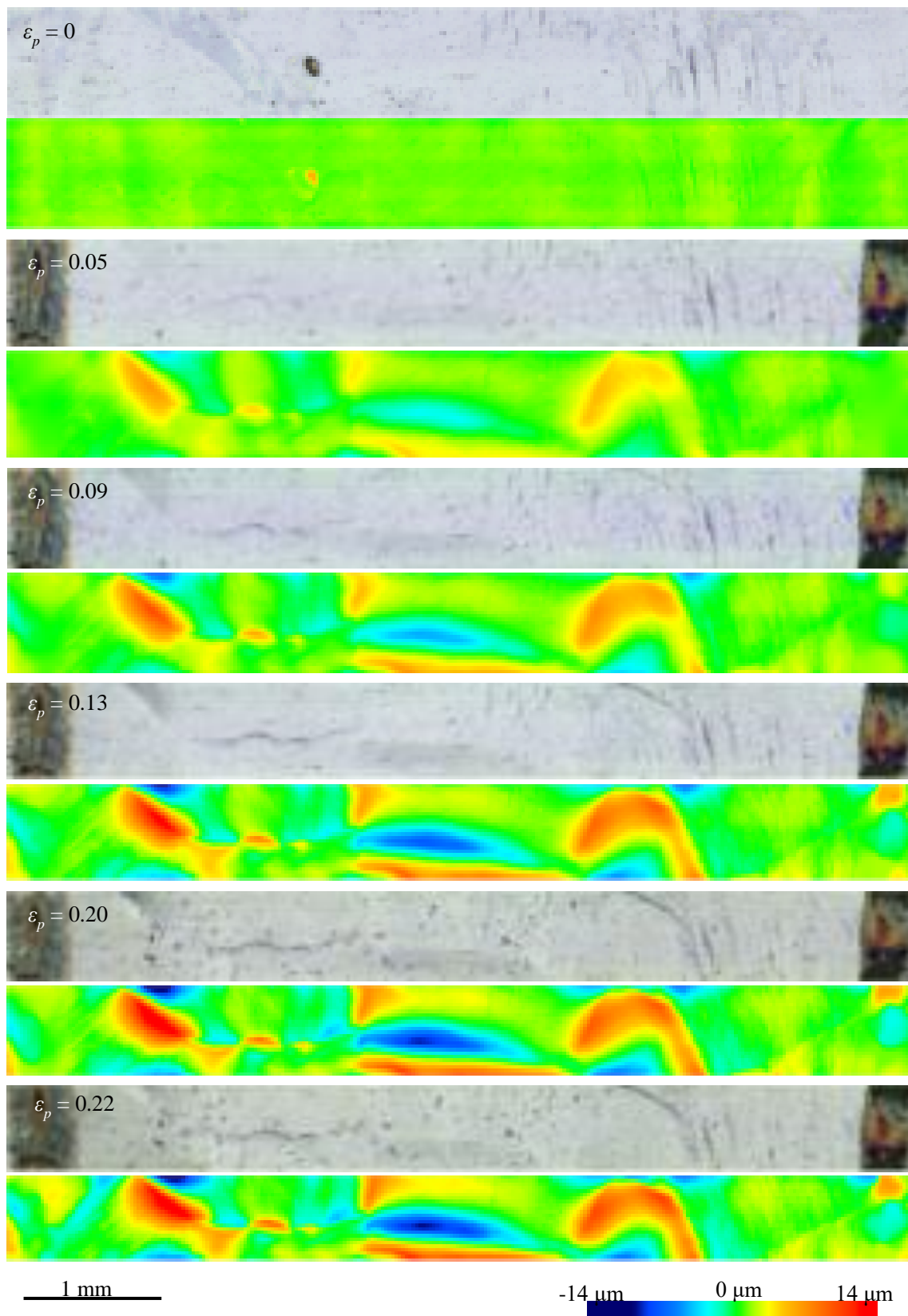


Fig. 4.9 (a) Surface roughening evolution and height map evolution of specimen A from top view

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

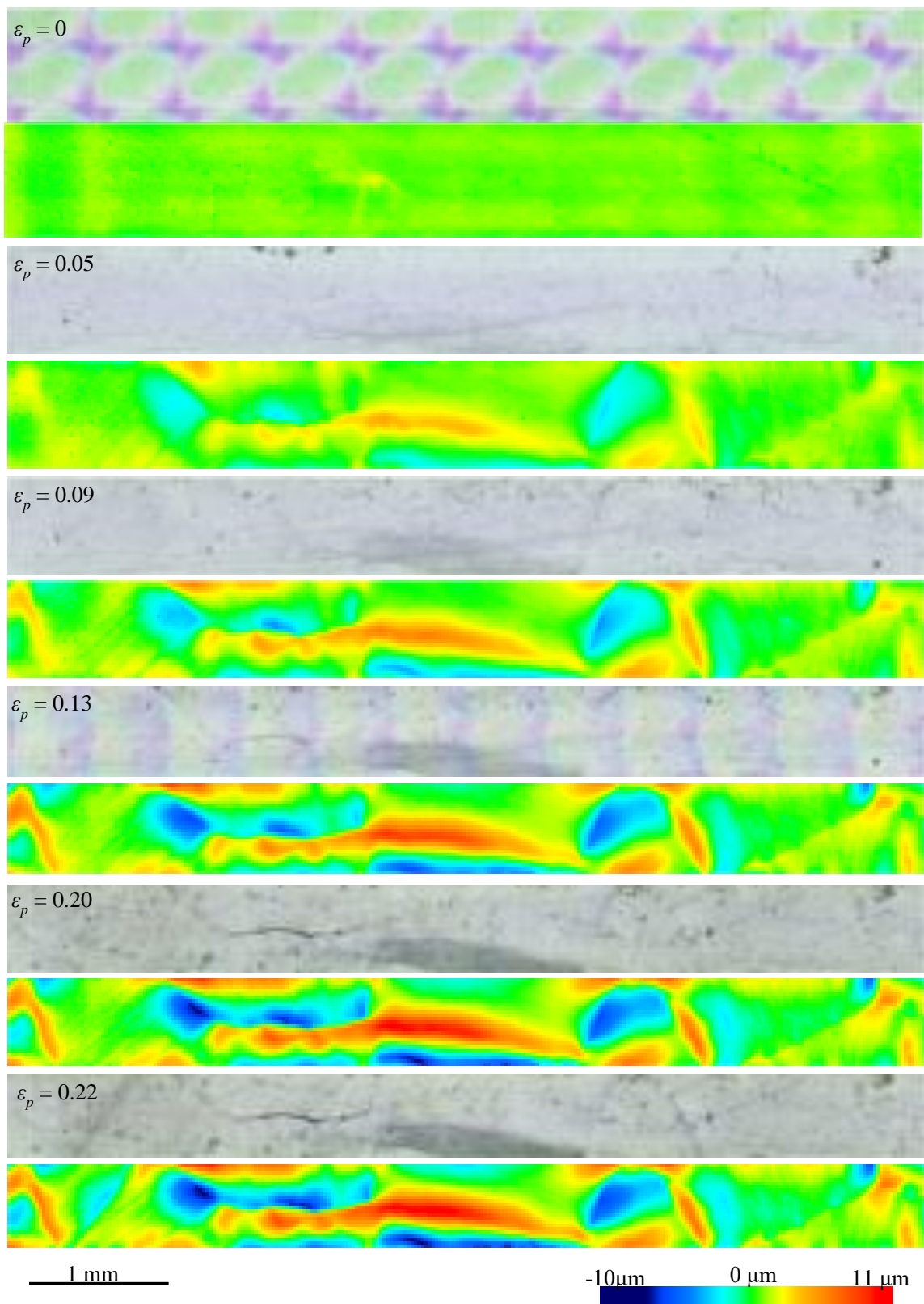


Fig. 4.9 (b) Surface roughening evolution and height map evolution of specimen A from bottom view

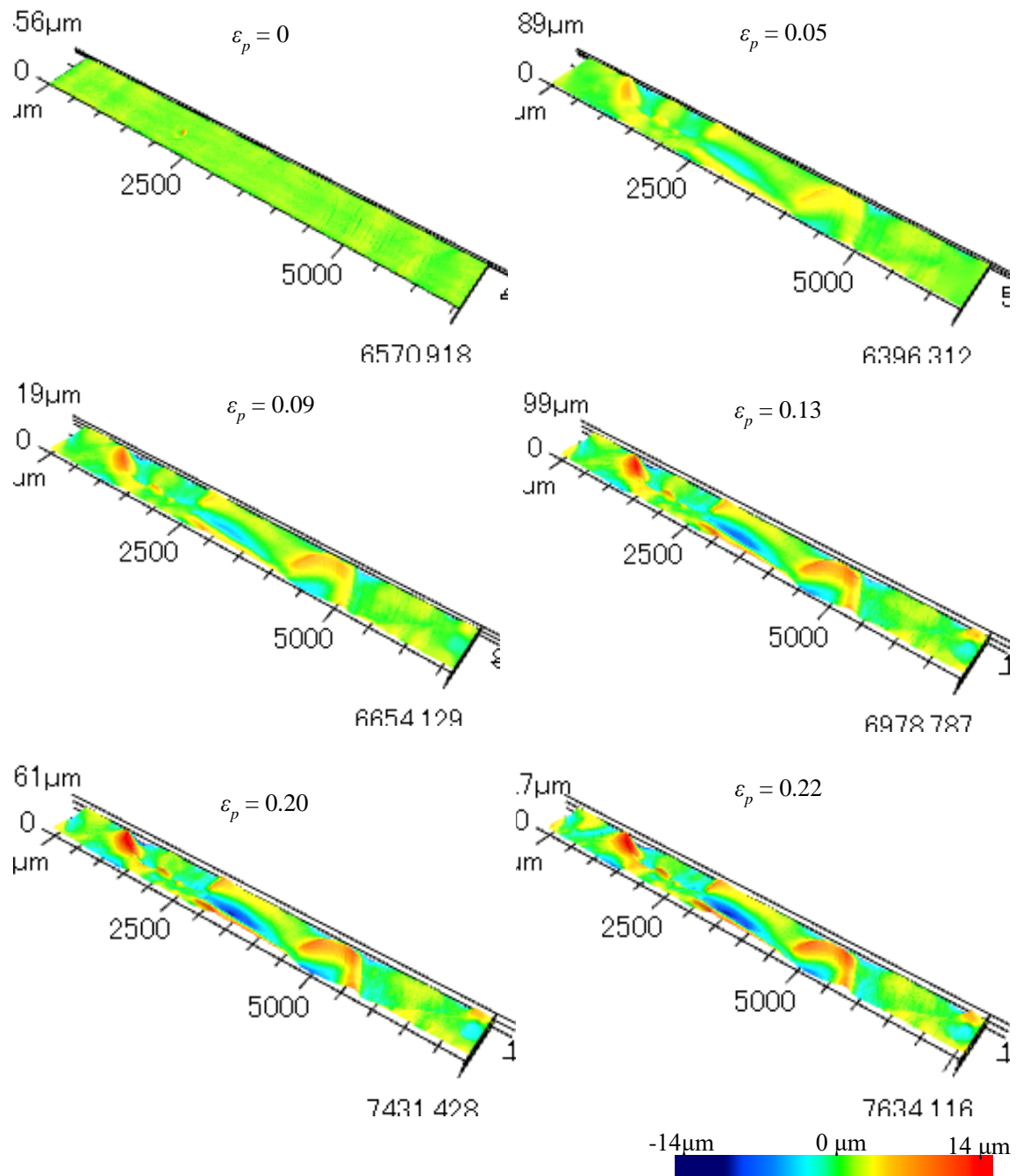


Fig. 4.9 (c) 3D height map evolution of top view of specimen A

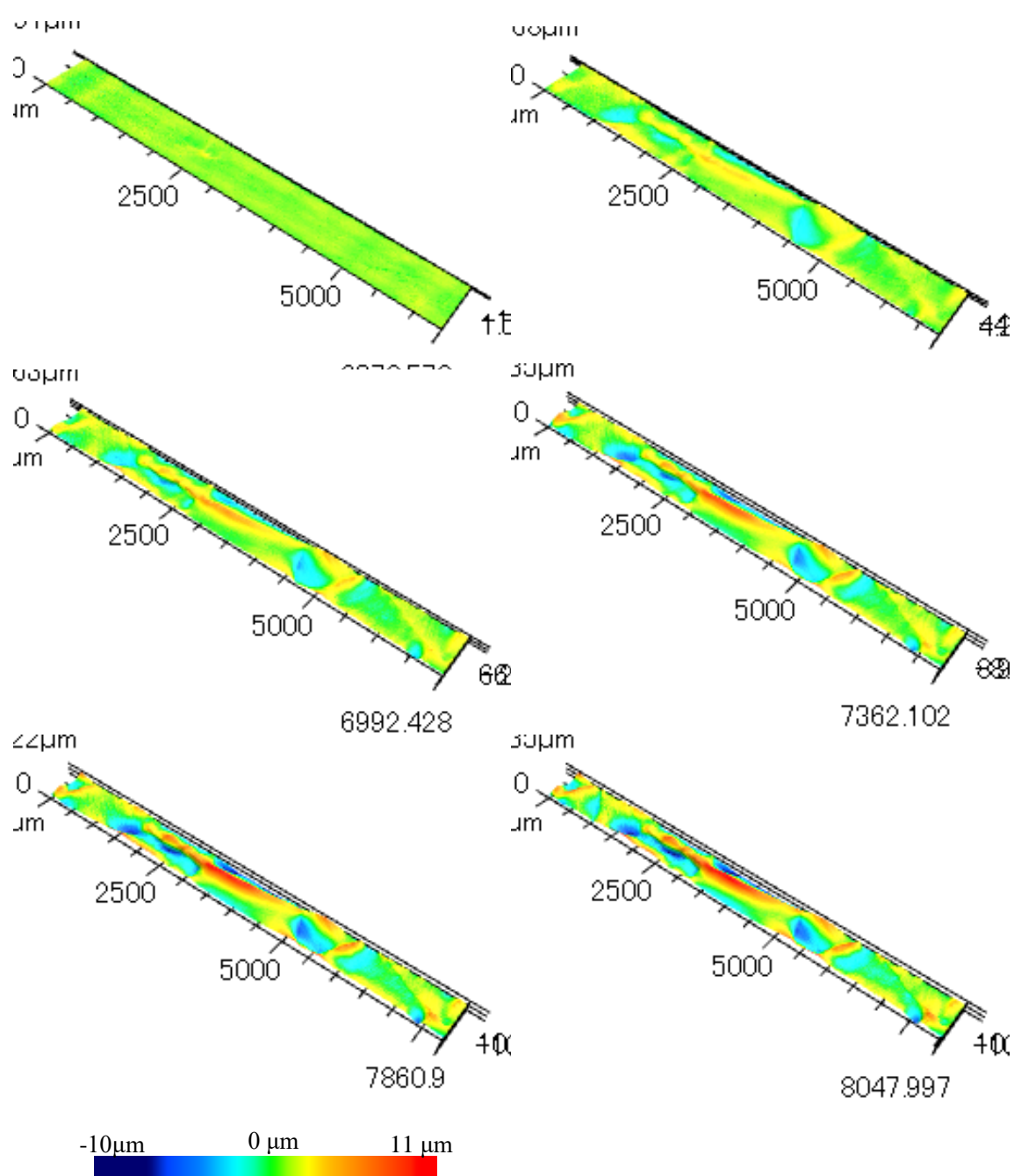


Fig. 4.9 (d) 3D height map evolution of bottom view of specimen A

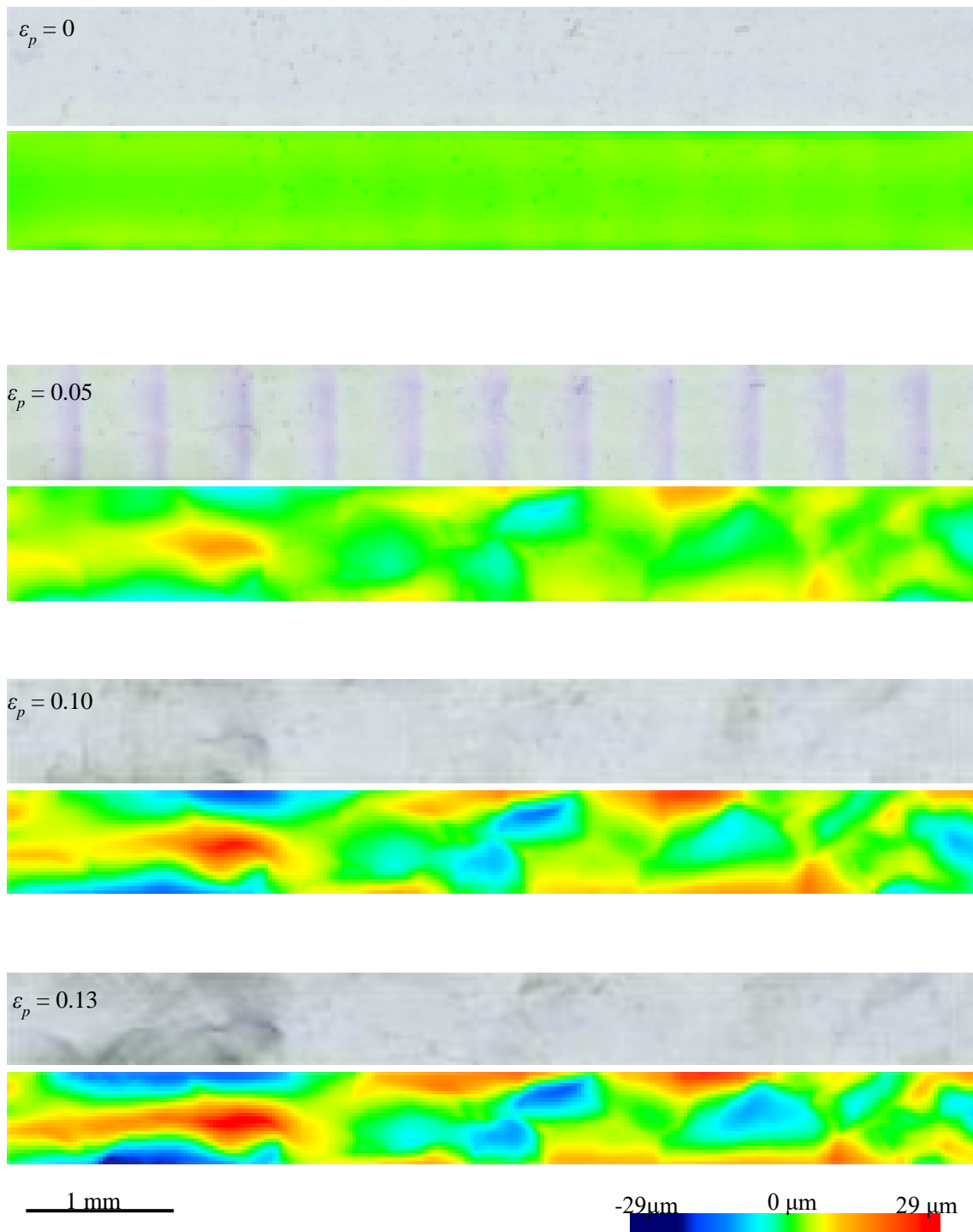


Fig. 4.10 (a) Surface roughening evolution and height map evolution of specimen B from top view

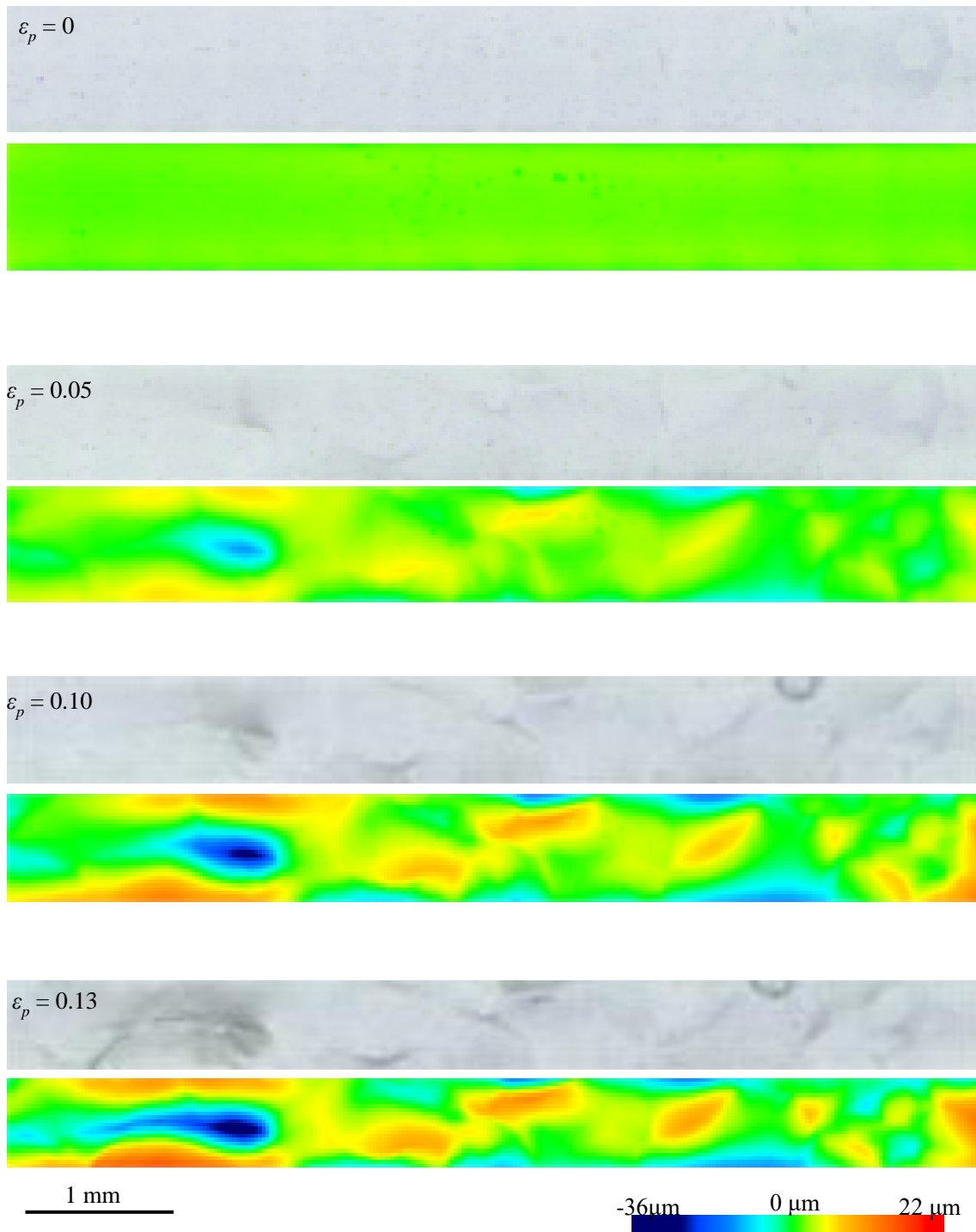


Fig. 4.10 (b) Surface roughening evolution and height map evolution of specimen B from bottom view

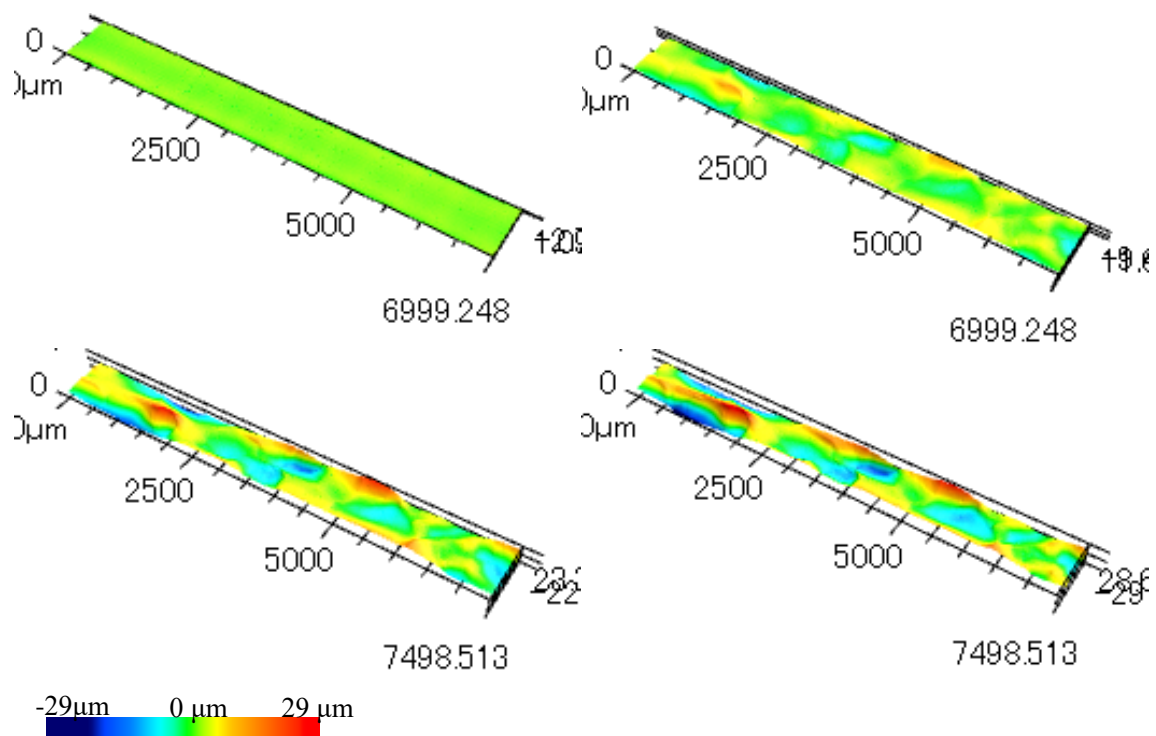


Fig. 4.10 (c) 3D height map evolution of top view of specimen B

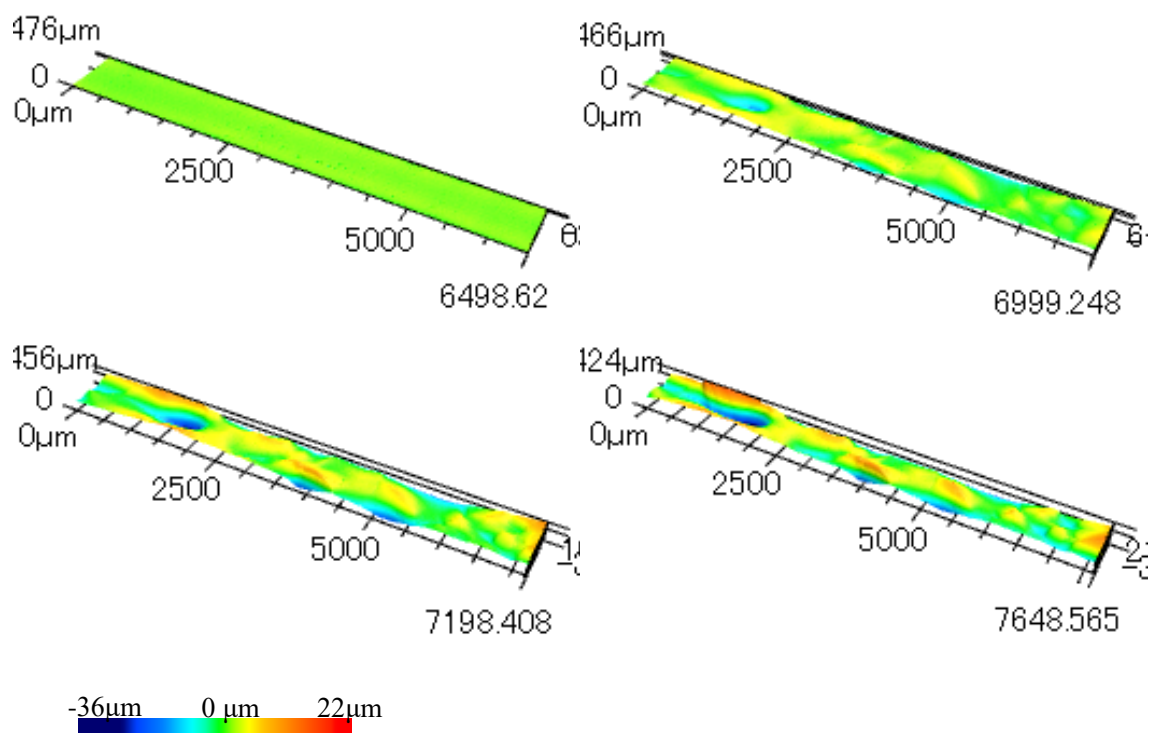


Fig. 4.10 (d) 3D height map evolution of bottom view of specimen B

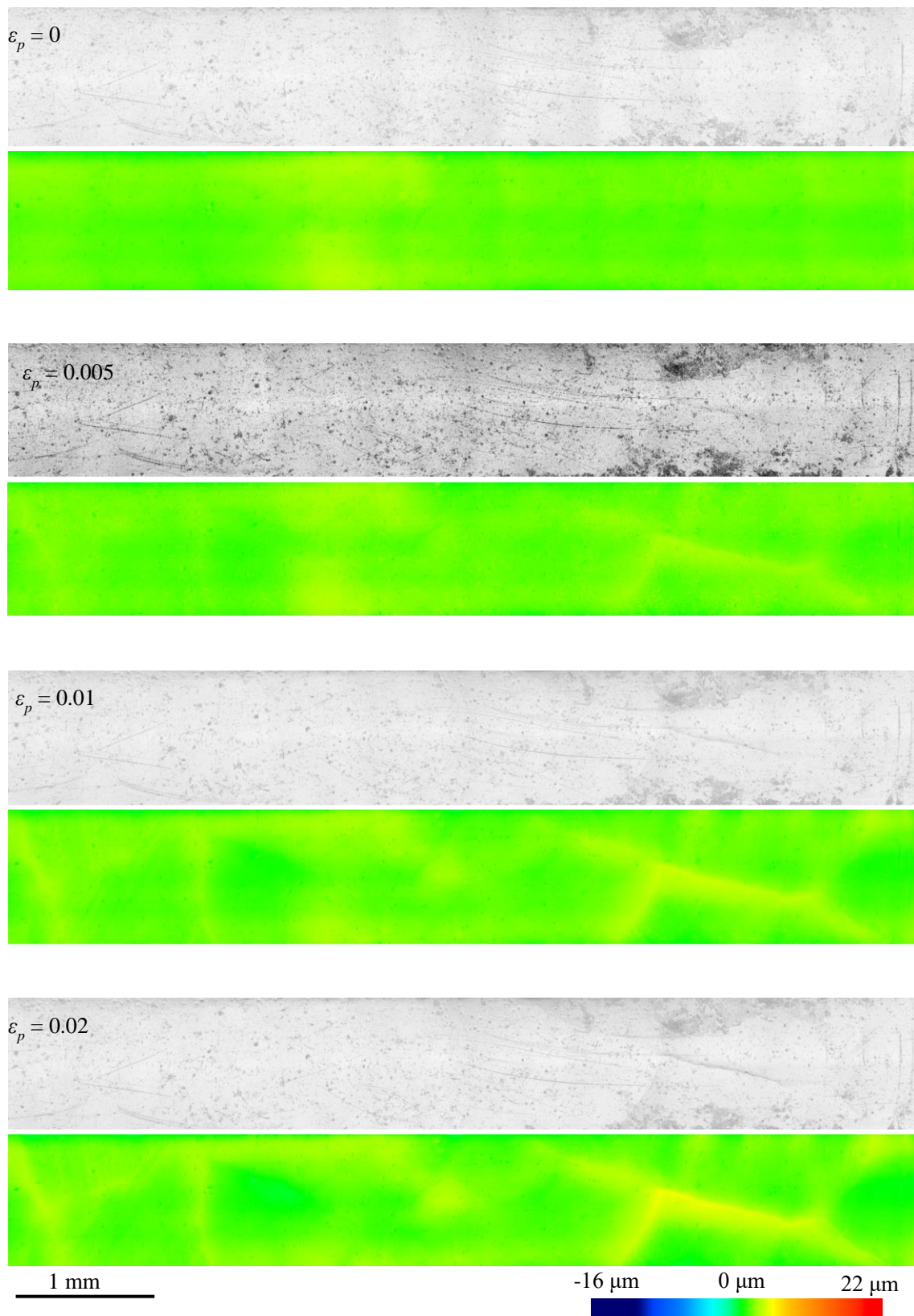


Fig. 4.11 (a) Surface roughening evolution and height map evolution of specimen C

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

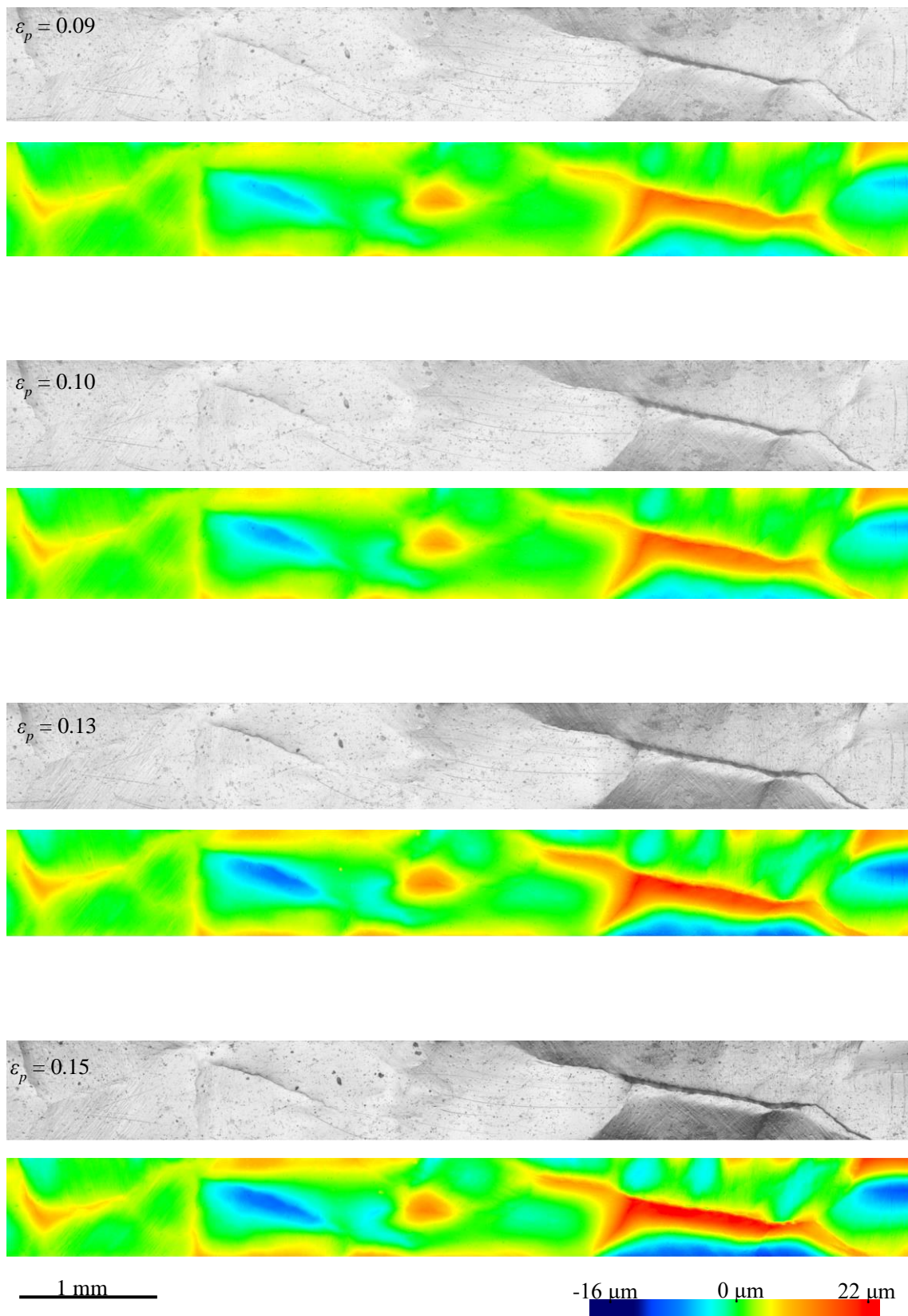


Fig. 4.11 (a) Surface roughening evolution and height map evolution of specimen C

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

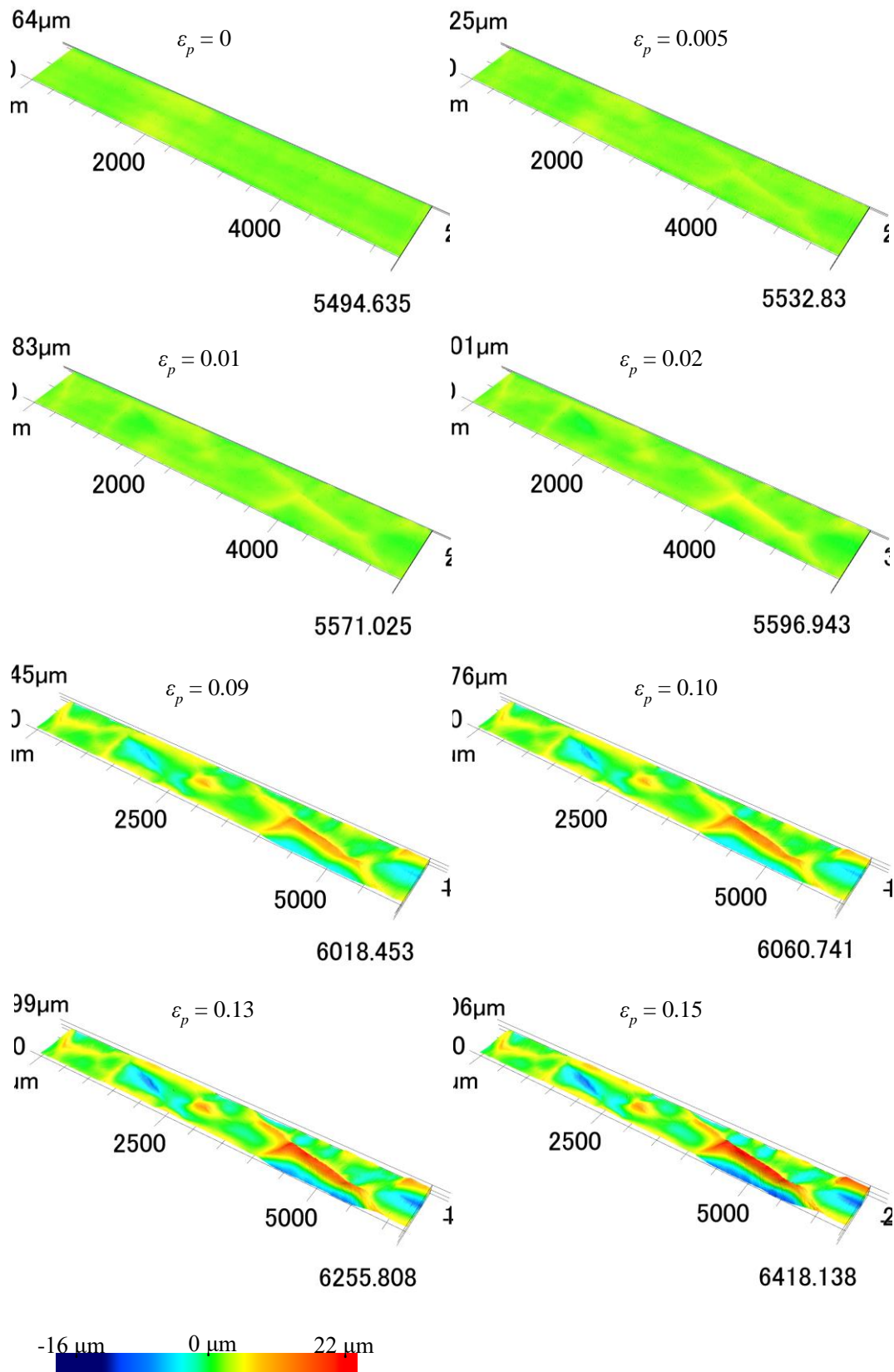


Fig. 4.11 (b) 3D height map evolution of specimen C

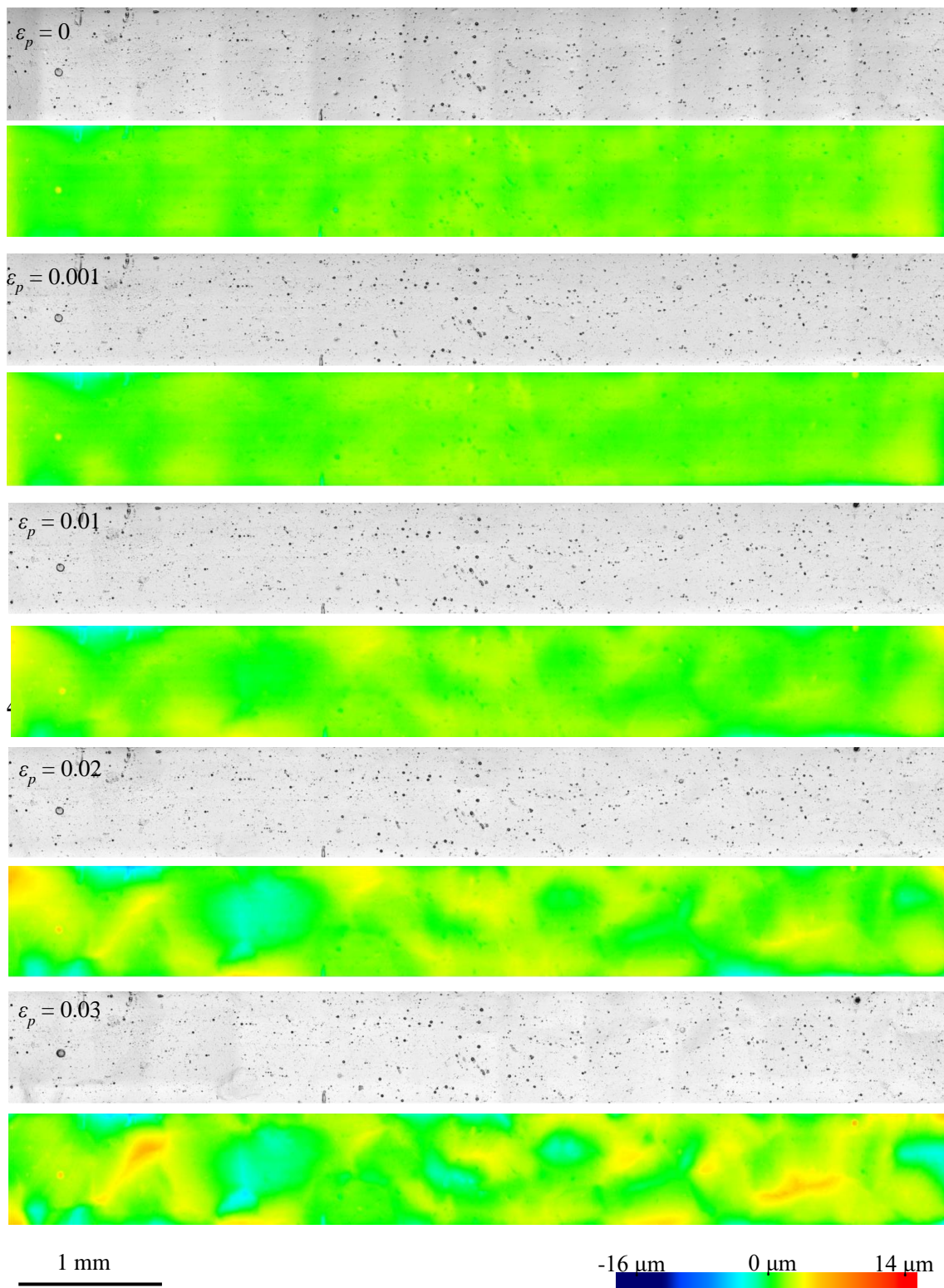


Fig. 4.12 (a) Surface roughening evolution and height map evolution of specimen D

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

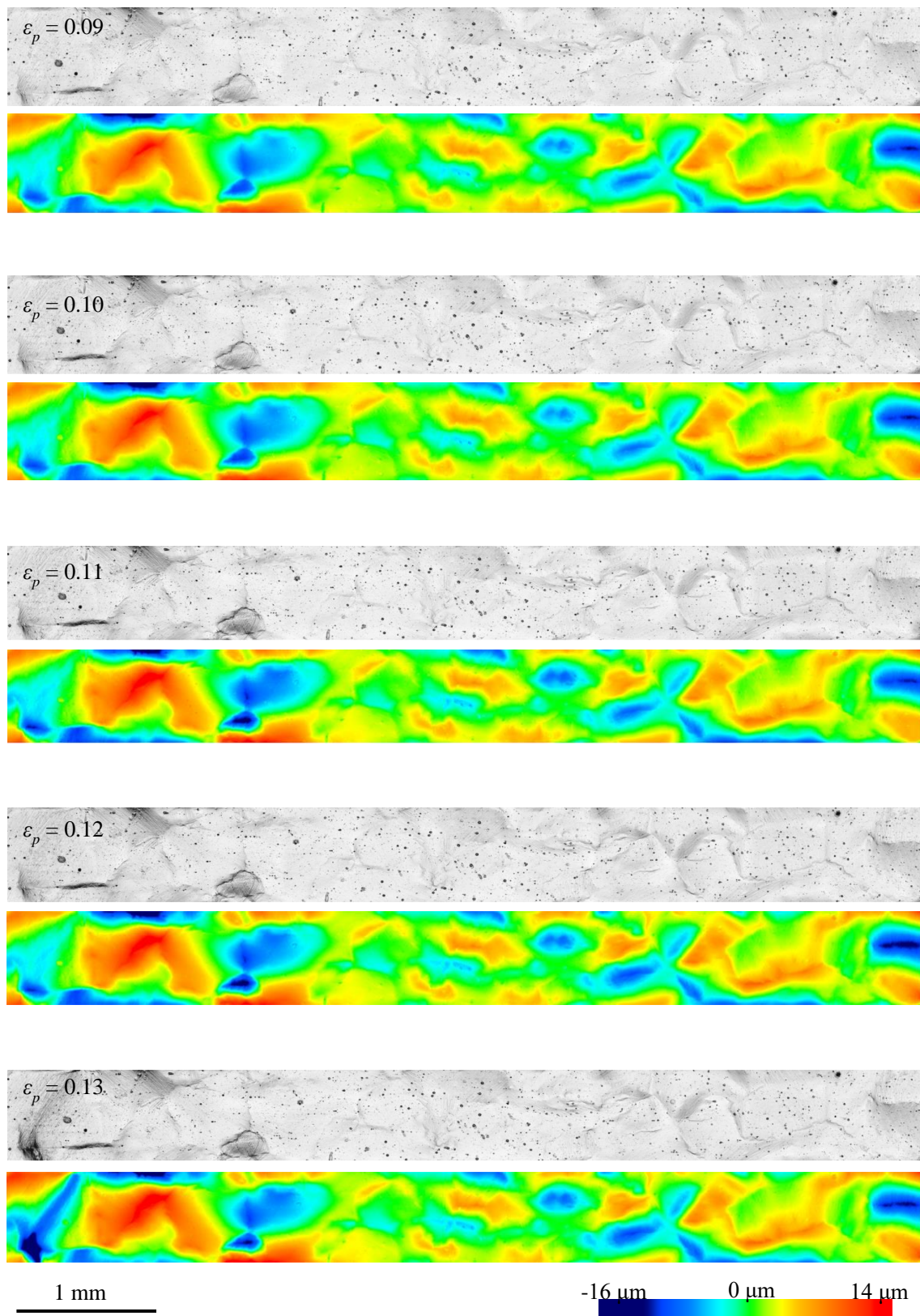


Fig. 4.12 (a) Surface roughening evolution and height map evolution of specimen D

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

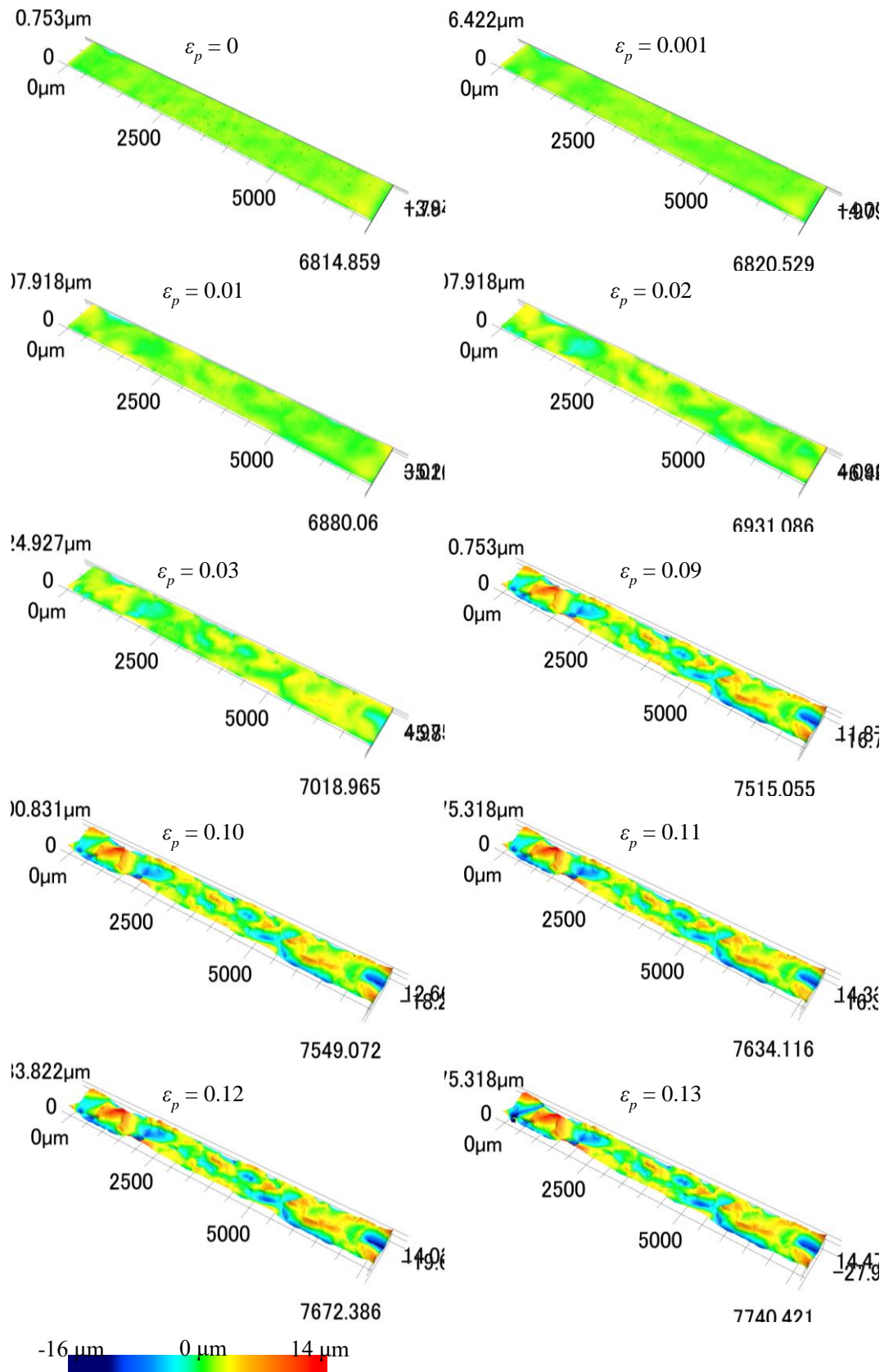


Fig. 4.12 (b) 3D height map evolution of specimen D

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

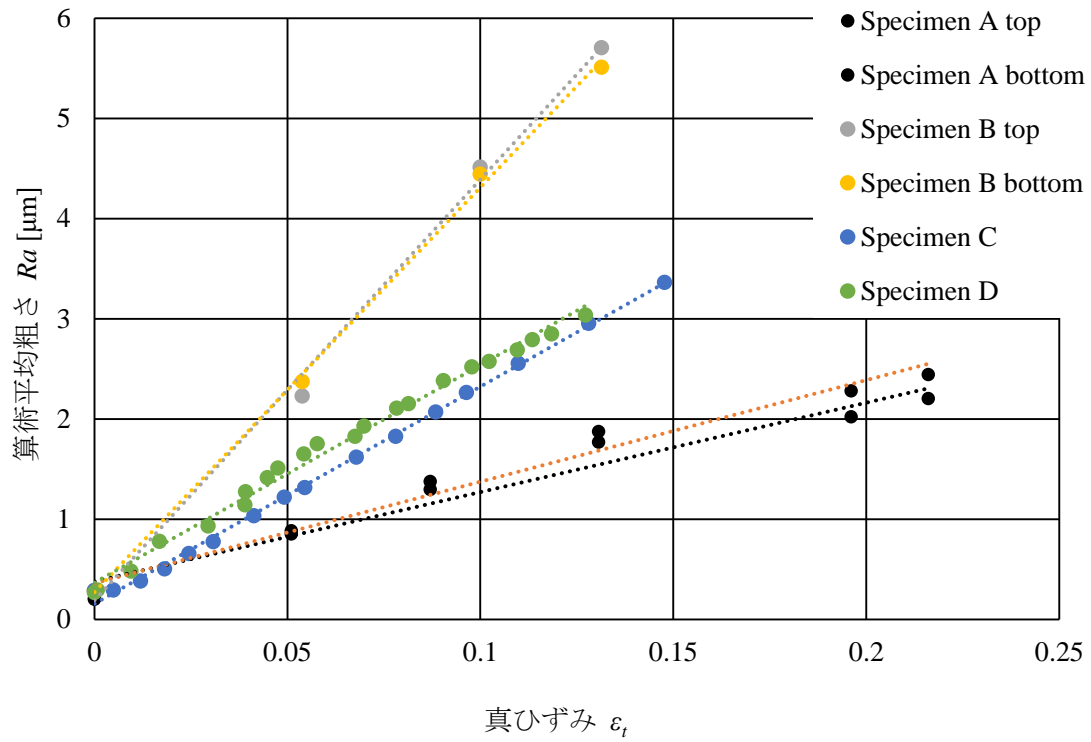


Fig. 4.13 Surface roughness evolution, Ra vs. true strain of oligocrystal specimens

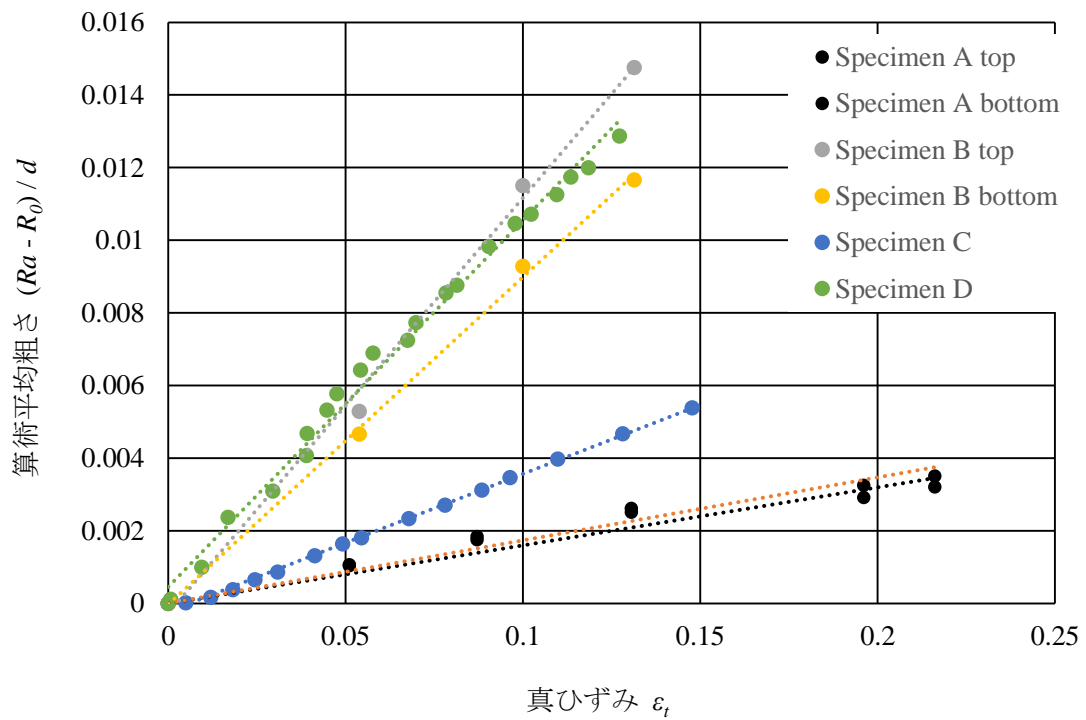


Fig. 4.14 Surface roughness evolution, $(Ra - R_0) / d$ vs. true strain of oligocrystal specimens

4.4.3 表面プロファイル形成に及ぼすシュミット因子分布の影響

4.4.2 では、初期の結晶方位が表面あれに影響を及ぼしている可能性を示した。そこで、本節では結晶方位の差によって生じる結晶粒の変形抵抗、つまりシュミット因子の差に注目する。シュミット因子の小さい結晶粒は単軸引張りにおいてすべり変形しにくい。反対に、シュミット因子の大きい結晶粒はすべり変形しやすい。そのため、シュミット因子の大きい結晶粒が変形しようとしても、周囲の結晶粒のシュミット因子が小さいと拘束を受ける。さらに、4.4.2 では、表面あれの凹凸は結晶粒界で形成されていることを示した。したがって、シュミット因子の差による結晶粒の変形拘束が表面あれにつながることを予想できる。そこで、試験片 A および試験片 C において、結晶粒径の比較的大きい結晶粒を対象に、それらの結晶粒のうち結晶粒界を大きく接している結晶粒間のシュミット因子の差と凹凸の関係を調査した。

Table 4.5 は、調査対象とした結晶粒、その結晶粒間のシュミット因子の差、そして凹凸形成の有無を○×で表記している。凹凸形成の有無は、高さ $3\mu\text{m}$ 以上の凹凸を形成しているものとそうでないものとで分けた。この結果をもとに、それぞれのシュミット因子の差の値において凹凸を形成する確率を求めると、Fig. 4.15 のようになる。Fig. 4.15 からは、表面の凹凸形成に及ぼす明確なシュミット因子の差の影響は見ることができなかった。データ数が少ないため、詳細な議論をすることはできないが、シュミット因子の差が小さくても表面の凹凸は形成されていることを言うには十分である。これは、表面プロファイルの形成に及ぼす結晶方位の影響を議論する際、シュミット因子の差だけでは不十分であることを示している。したがって、その影響をより詳細に調査するためには、個々の結晶粒のすべり面やすべり方向を考慮した上で、結晶粒の三次元的変形や相互作用を考える必要があると予想できる。そこで、以下からは各結晶粒のすべり面とすべり方向を特定した上で、表面プロファイル形成過程を詳細に観察し、両者の関係を調査する。

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

Table 4.5 Grain numbers, difference of Schmid factor with or without peak or valley of specimen A and specimen C

	Specimen A							Specimen C				
Grain No.	3	3	6	8	9	11	14	1	1	2	2	3
	6	4	9	9	11	14	15	2	3	3	5	5
Difference of Schmid factor	0.01	0.01	0.03	0.03	0.03	0	0.02	0.02	0.01	0.01	0.02	0.03
Peak or valley	○	○	×	○	○	○	×	○	×	○	×	×

	Specimen C												
Grain No.	5	6	7	13	14	15	15	17	18	19	20	17	17
	7	7	12	14	15	16	18	18	19	21	21	20	21
Difference of Schmid factor	0.04	0.01	0.03	0.03	0.05	0.04	0.01	0.03	0.02	0.01	0.05	0.02	0.03
Peak or valley	×	○	×	×	×	○	○	○	×	○	○	○	×

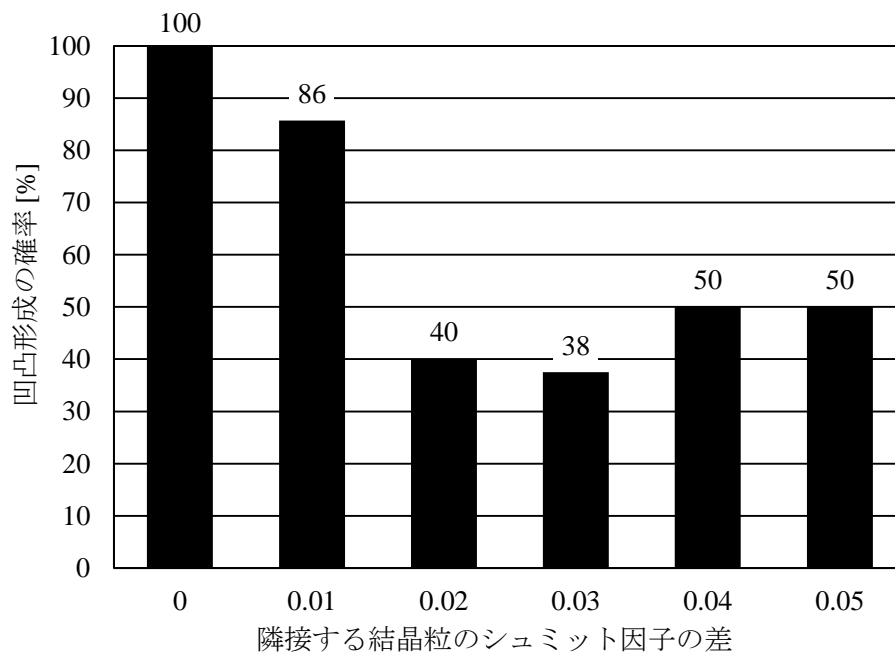


Fig. 4.15 Possibility of peak and valley vs. difference of Schmid factor

4.4.4 活動すべり系の特定

前節では、表面プロファイルに及ぼす結晶方位の影響を調査するためには、個々の結晶粒のすべり面とすべり方向を特定し、それら結晶粒の変形挙動を観察することが必要であることを示した。本節では、個々の結晶粒のすべり面およびすべり方向の特定し、特定したすべり系が実際に活動したかどうかの信頼性を検証する。まず、各結晶粒の最も活発に活動すると考えられるすべり系を特定する。特定方法を以下に記す。

各試験片の各結晶粒に対してオイラー角から計算した結晶方位 $[uvw]$ に基づいて、OILS 則から最も活発に働くすべり面とすべり方向を特定した。OILS 則の計算方法を以下に示す。

1. EBSD によって解析したオイラー角から結晶方位 $[uvw]$ を Excel を用いて計算する。この計算方法は、第2章の理論で記述しているので割愛する。
2. 1 で計算した u, v, w の値の絶対値を取り、三つの数字のうち最も大きい値を H、真ん中の値を I、最も小さい値を L とする。
3. FCC 金属のすべり面は $\{111\}$ に等価な面である。ただし、H および I を持つ指数の位置は、 $[uvw]$ と同じ符号となり、L を持つ指数の符号は逆転する。
4. すべり方向は、 $\langle 110 \rangle$ に等価な方向である。ただし、H および L を持つ指数は、 $[uvw]$ と同じ符号で 1 または -1 となるが、I を持つ指数の位置は 0 となる。

例えば、試験片 A の結晶粒 1 の場合、結晶方位指数が $[uvw] = [-0.71 \ 0.70 \ -0.06]$ であるので、HIL の順番はそのまま[HIL]となる。そのため、すべり面は $(-1 \ 1 \ 1)$ 、すべり方向は $\langle -1 \ 0 \ -1 \rangle$ となる²⁵⁾。

このような OILS 則を用いて特定した各試験片の標点間内のすべての結晶粒のすべり面とすべり方向、さらにそれらを用いて計算したシュミット因子の値を Table 4.6 - Table 4.9 に示す。

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

Table 4.6 Crystal orientation, slip plane, slip direction and Schmid factor of specimen A calculated based on the OILS rule

Grain No.	u	v	w	HIL			Slip plane			Slip direction			Schmid factor
1	-0.7	0.7	-0.1	H	I	L	-1	1	1	-1	0	-1	0.43
2	0.7	0.6	-0.4	H	I	L	1	1	1	1	0	-1	0.39
3	-0.3	0.9	-0.1	I	H	L	-1	1	1	0	1	-1	0.49
4	-0.9	0.1	0.4	H	L	I	-1	-1	1	-1	1	0	0.5
5	0.7	0.2	-0.7	H	L	I	1	-1	-1	1	1	0	0.45
6	-0.6	0.8	0.2	I	H	L	-1	1	-1	0	1	1	0.48
7	0.9	0.4	-0.3	H	I	L	1	1	1	1	0	-1	0.45
8	-0.9	-0.2	0.4	H	L	I	-1	1	1	-1	-1	0	0.48
9	-0.3	0.8	-0.5	L	H	I	1	1	-1	-1	1	0	0.45
10	0.0	-0.7	0.7	L	H	I	-1	-1	1	1	-1	0	0.43
11	-0.2	-0.8	0.6	L	H	I	1	-1	1	-1	-1	0	0.48
12	0.4	-0.9	0.0	I	H	L	1	-1	1	0	-1	-1	0.5
13	0.3	-0.9	0.1	I	H	L	1	-1	-1	0	-1	1	0.5
14	0.5	0.8	-0.2	I	H	L	1	1	1	0	1	-1	0.48
15	0.1	0.9	-0.4	L	H	I	-1	1	-1	1	1	0	0.5
16	0.2	-0.9	0.4	L	H	I	-1	-1	1	1	-1	0	0.5
17	-0.3	0.9	-0.1	I	H	L	-1	1	1	0	1	-1	0.49

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

Table 4.7 Crystal orientation, slip plane, slip direction and Schmid factor of specimen B calculated based on the OILS rule

Grain No.	u	v	w	HIL			Slip plane			Slip direction			Schmid factor
1	0.9	-0.2	-0.3	H	L	I	1	1	-1	1	-1	0	0.48
2	0.8	-0.4	-0.5	H	L	I	1	1	-1	1	-1	0	0.43
3	-0.4	-0.8	0.4	L	H	I	1	-1	1	-1	-1	0	0.44
4	-0.2	0.9	-0.4	L	H	I	1	1	-1	-1	1	0	0.5
5	0.8	-0.5	-0.4	H	I	L	1	-1	1	1	0	-1	0.44
6	-0.5	0.9	-0.1	I	H	L	-1	1	1	0	1	-1	0.49
7	-0.9	-0.2	0.3	H	L	I	-1	1	1	-1	-1	0	0.46
8	1.0	0.0	-0.1	H	L	I	1	1	-1	1	-1	0	0.43
9	-0.7	-0.7	0.3	I	H	L	-1	-1	-1	0	-1	1	0.43
10	0.3	0.8	-0.5	L	H	I	-1	1	-1	1	1	0	0.45
11	0.3	0.6	-0.8	L	I	H	-1	1	-1	1	0	-1	0.45
12	1.0	0.0	-0.2	H	L	I	1	1	-1	1	-1	0	0.47
13	-0.3	1.0	0.1	I	H	L	-1	1	-1	0	1	1	0.49
14	0.1	0.8	-0.6	L	H	I	-1	1	-1	1	1	0	0.47
15	-0.7	-0.4	0.6	H	L	I	-1	1	1	-1	-1	0	0.39
16	-0.9	-0.3	0.1	H	I	L	-1	-1	-1	-1	0	1	0.49
17	0.0	1.0	-0.1	L	H	I	-1	1	-1	1	1	0	0.45
18	0.7	0.4	-0.6	H	L	I	1	-1	-1	1	1	0	0.41
19	-0.8	0.5	-0.3	H	I	L	-1	1	1	-1	0	-1	0.46
20	0.6	-0.7	0.3	I	H	L	1	-1	-1	0	-1	1	0.45
21	-0.4	0.9	0.0	I	H	L	-1	1	1	0	1	-1	0.5
22	0.2	-1.0	0.2	I	H	L	1	-1	-1	0	-1	1	0.47
23	0.1	1.0	-0.2	L	H	I	-1	1	-1	1	1	0	0.47
24	-0.3	-0.9	0.1	I	H	L	-1	-1	-1	0	-1	1	0.5
25	0.0	-1.0	0.1	L	H	I	1	-1	1	-1	-1	0	0.44
26	0.8	-0.4	-0.4	H	L	I	1	1	-1	1	-1	0	0.42
27	-0.8	-0.6	0.3	H	I	L	-1	-1	-1	-1	0	1	0.46
28	0.9	-0.3	-0.3	H	I	L	1	-1	1	1	0	-1	0.46
29	0.7	-0.7	0.0	I	H	L	1	-1	1	0	-1	-1	0.42
30	1.0	-0.2	-0.2	H	I	L	1	-1	1	1	0	-1	0.46
31	0.1	-0.8	0.6	L	H	I	-1	-1	1	1	-1	0	0.48
32	0.4	0.8	-0.4	L	H	I	-1	1	-1	1	1	0	0.43
33	-0.1	1.0	-0.1	I	H	L	-1	1	1	0	1	-1	0.45
34	-0.6	0.8	0.0	I	H	L	-1	1	1	0	1	-1	0.46
35	0.0	-0.9	0.5	L	H	I	1	-1	1	-1	-1	0	0.49
36	0.6	0.7	-0.4	I	H	L	1	1	1	0	1	-1	0.41
37	-0.4	-0.8	0.5	L	H	I	1	-1	1	-1	-1	0	0.42
38	0.5	0.6	-0.6	L	H	I	-1	1	-1	1	1	0	0.34

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

Table 4.8 Crystal orientation, slip plane, slip direction and Schmid factor of specimen C calculated based on the OILS rule

Grain No.	u	v	w	HIL			Slip plane			Slip direction			Schmid factor
1	-0.9	0.5	0.1	H	I	L	-1	1	-1	-1	0	1	0.5
2	0.2	-1.0	-0.1	I	H	L	1	-1	1	0	-1	-1	0.48
3	-0.3	-0.9	0.1	I	H	L	-1	-1	-1	0	-1	1	0.49
4	1.0	-0.1	-0.2	H	L	I	1	1	-1	1	-1	0	0.46
5	-0.2	-1.0	0.1	I	H	L	-1	-1	-1	0	-1	1	0.46
6	-0.4	0.8	-0.5	L	H	I	1	1	-1	-1	1	0	0.41
7	0.7	0.7	-0.3	I	H	L	1	1	1	0	1	-1	0.42
8	0.9	0.0	-0.4	H	L	I	1	1	-1	1	-1	0	0.5
9	-0.1	0.9	-0.4	L	H	I	1	1	-1	-1	1	0	0.5
10	-0.7	-0.4	0.6	H	L	I	-1	1	1	-1	-1	0	0.41
11	-0.4	0.8	-0.5	L	H	I	1	1	-1	-1	1	0	0.41
12	0.7	-0.7	0.1	I	H	L	1	-1	-1	0	-1	1	0.45
13	0.8	-0.5	-0.3	H	I	L	1	-1	1	1	0	-1	0.46
14	-1.0	0.0	0.1	H	L	I	-1	-1	1	-1	1	0	0.43
15	-0.9	0.2	0.3	H	L	I	-1	-1	1	-1	1	0	0.48
16	0.0	0.7	-0.7	L	H	I	-1	1	-1	1	1	0	0.44
17	0.6	-0.8	-0.1	I	H	L	1	-1	1	0	-1	-1	0.45
18	-0.6	0.8	-0.2	I	H	L	-1	1	1	0	1	-1	0.47
19	-0.5	0.8	-0.1	I	H	L	-1	1	1	0	1	-1	0.49
20	0.8	-0.4	-0.4	H	L	I	1	1	-1	1	-1	0	0.43
21	0.5	-0.8	-0.2	I	H	L	1	-1	1	0	-1	-1	0.48

Table 4.9 Crystal orientation, slip plane, slip direction and Schmid factor of specimen D calculated based on the OILS rule

Grain No.	u	v	w	HIL			Slip plane			Slip direction			Schmid factor
1	-0.9	0.3	0.3	H	I	L	-1	1	-1	-1	0	1	0.44
2	0.3	-0.9	-0.2	I	H	L	1	-1	1	0	-1	-1	0.48
3	-0.9	-0.2	0.3	H	L	I	-1	1	1	-1	-1	0	0.48
4	0.5	-0.8	0.2	I	H	L	1	-1	-1	0	-1	1	0.48
5	0.0	-0.7	0.7	L	H	I	1	-1	1	-1	-1	0	0.41
6	-0.6	0.8	0.1	I	H	L	-1	1	-1	0	1	1	0.47
7	0.2	0.9	-0.5	L	H	I	-1	1	-1	1	1	0	0.49
8	-0.2	1.0	-0.2	L	H	I	1	1	-1	-1	1	0	0.47
9	-0.1	1.0	-0.3	L	H	I	1	1	-1	-1	1	0	0.49
10	-0.6	0.7	0.5	I	H	L	-1	1	-1	0	1	1	0.35
11	0.8	-0.2	-0.6	H	L	I	1	1	-1	1	-1	0	0.47
12	0.7	0.4	-0.6	H	L	I	1	-1	-1	1	1	0	0.39
13	0.3	0.9	-0.1	I	H	L	1	1	1	0	1	-1	0.5
14	0.3	-0.9	0.4	L	H	I	-1	-1	1	1	-1	0	0.47
15	0.3	-0.9	0.4	L	H	I	-1	-1	1	1	-1	0	0.47
16	-0.9	0.3	0.1	H	I	L	-1	1	-1	-1	0	1	0.48

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

Table 4.9 Crystal orientation, slip plane, slip line and Schmid factor of specimen D calculated based on the OILS rule

Grain No.	u	v	w	HIL			Slip plane			Slip direction			Schmid factor
17	-0.2	-0.9	0.3	L	H	I	1	-1	1	-1	-1	0	0.48
18	-0.7	-0.6	0.4	H	I	L	-1	-1	-1	-1	0	1	0.4
19	-0.8	0.3	0.6	H	L	I	-1	-1	1	-1	1	0	0.44
20	0.4	-0.9	0.1	I	H	L	1	-1	-1	0	-1	1	0.5
21	-0.5	-0.7	0.5	L	H	I	1	-1	1	-1	-1	0	0.37
22	0.9	-0.4	-0.1	H	I	L	1	-1	1	1	0	-1	0.5
23	-0.5	0.8	0.3	I	H	L	-1	1	-1	0	1	1	0.44
24	-0.4	0.8	-0.4	I	H	L	-1	1	1	0	1	-1	0.41
25	1.0	0.0	-0.1	H	L	I	1	1	-1	1	-1	0	0.43
26	-0.9	0.2	0.3	H	L	I	-1	-1	1	-1	1	0	0.47
27	-0.9	-0.3	0.4	H	L	I	-1	1	1	-1	-1	0	0.46
28	0.8	-0.5	-0.1	H	I	L	1	-1	1	1	0	-1	0.49
29	0.7	-0.7	0.0	I	H	L	1	-1	-1	0	-1	1	0.44
30	1.0	-0.2	-0.2	H	I	L	1	-1	1	1	0	-1	0.46
31	-0.8	0.6	-0.2	H	I	L	-1	1	1	-1	0	-1	0.46
32	-0.3	-0.8	0.6	L	H	I	1	-1	1	-1	-1	0	0.45
33	0.2	-0.8	0.5	L	H	I	-1	-1	1	1	-1	0	0.48
34	0.8	0.5	-0.4	H	I	L	1	1	1	1	0	-1	0.41
35	-0.9	-0.3	0.4	H	L	I	-1	1	1	-1	-1	0	0.47
36	-0.9	0.5	0.1	H	I	L	-1	1	-1	-1	0	1	0.5
37	0.9	0.2	-0.4	H	L	I	1	-1	-1	1	1	0	0.49
38	0.6	0.4	-0.7	I	L	H	1	-1	-1	0	1	-1	0.39
39	-0.8	-0.5	0.2	H	I	L	-1	-1	-1	-1	0	1	0.48
40	-0.4	0.7	-0.7	L	H	I	1	1	-1	-1	1	0	0.41
41	-0.9	-0.4	0.2	H	I	L	-1	-1	-1	-1	0	1	0.49
42	0.2	0.9	-0.3	L	H	I	-1	1	-1	1	1	0	0.49
43	-0.8	0.3	0.4	H	L	I	-1	-1	1	-1	1	0	0.44
44	-0.2	-0.8	0.5	L	H	I	1	-1	1	-1	-1	0	0.49
45	-0.9	0.3	0.2	H	I	L	-1	1	-1	-1	0	1	0.48
46	0.7	0.7	-0.2	H	I	L	1	1	1	1	0	-1	0.44
47	-0.5	0.8	0.2	I	H	L	-1	1	-1	0	1	1	0.48
48	-0.5	0.9	0.1	I	H	L	-1	1	-1	0	1	1	0.49
49	0.5	0.8	-0.2	I	H	L	1	1	1	0	1	-1	0.48
50	0.7	0.5	-0.5	H	L	I	1	-1	-1	1	1	0	0.37
51	1.0	0.2	-0.2	H	I	L	1	1	1	1	0	-1	0.46
52	1.0	-0.1	-0.2	H	L	I	1	1	-1	1	-1	0	0.47
53	0.7	0.7	-0.2	I	H	L	1	1	1	0	1	-1	0.45
54	-0.5	-0.8	0.3	I	H	L	-1	-1	-1	0	-1	1	0.46
55	0.6	0.7	-0.4	I	H	L	1	1	1	0	1	-1	0.42

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

次に、特定したすべり系が実際に活動しているかどうかを検証する。変形後の試験片 B, 試験片 C, 試験片 D において、レーザー顕微鏡の表面性状観察結果 (Fig. 4.9 (a) - Fig. 4.12 (a)) から、観察可能なすべり線を対象に Fig. 4.16 のようにすべり線と引張軸のなす角度を調査した。さらに、特定した各結晶粒のすべり面から、表面に現れると予測できるすべり線と引張軸との角度を計算した。すべり線と引張軸とのなす角の計算方法を以下に示す。

計算方法

1. 特定したすべり面は、各結晶粒の結晶座標系が基準となっているため、試料座標系における指数に変換する。変換方法は、付録 1 に示しているが $\{111\}$ をオイラー角分回転行列をかけて変換する。
2. すべり面を試料座標系で表記したら、 $90 - \tan^{-1}(y/x)$ がすべり線と引張軸の角度となる。ここで、 y はすべり面を試料座標系で表記した時の真ん中の値で、 x は左の値である。

Fig. 4.17 - Fig. 4.19 は、それぞれ試験片 B, 試験片 C, 試験片 D における観察したすべり線の角度とすべり系から計算したすべり線の角度の関係を表している。縦軸が実際に観察したすべり線と引張軸とのなす角度を表し、横軸がすべり系から上記の方法で計算したすべり線と引張軸とのなす角度を表している。Fig. 4.17 - Fig. 4.19 から、ほとんどの結晶粒において、観察角度と計算角度の値は $\pm 10^\circ$ 以内に収まり、相関関係が見られた。しかし、試験片 B, 試験片 C, 試験片 D のすべてにおいて計算角度より観察から測定した角度が小さくなる傾向が見られている。Fig. 4.20 は、ある結晶粒における塑性ひずみに対する観察されたすべり線と引張軸とのなす角度を示している。Fig. 4.20 から、塑性ひずみが増加すると、観察した角度が小さくなっている。ひずみが小さいときと大きい時では、約 10° の差が見られる。これは、変形に伴って表面あれが進展し、結晶粒が三次元的に変形するため、二次元ですべり線の角度を測定した際にその影響を受けていることが考えられる。したがって、ここでは 10° 程度のずれは大きな問題にはならない。

しかし、Fig. 4.17 において、計算角度が 42° であるのに対し、観察から測定した角度が 78° と非常に大きくなっている結晶粒が存在する。これは、特定した結晶粒と異なるすべり系が活動したことが考えられる。この結晶粒は、試験片 B の結晶粒 12 である。この結晶粒 12 (試験片 B) において、FCC 金属で考えうる 12 パターンのすべり面に対してシュミット因子およびすべり線と引張軸とのなす角度を計算すると Table 4.8 のようになる。Table 4.8 から、すべり面 No. 10 の $(1\bar{1}\bar{1})$ が、シュミット因子が 0.468 と 12 パターンのうち最大のシュミット因子 0.473 に次いで二番目に大きなシュミット因子を有していることがわかる。そのときのすべり線の計算角度は、 74° であり観察から測定した角度の 78° に近い値となる。このように、一次すべり系と二次すべり系にシュミット因子の差が小さい場合、二次すべり系の方が活発に働く可能性もある。したがって、多くの結晶粒ではシュミット因子の最も大きいすべり系が活動するが、試験片 B の結晶粒 12 のように二次すべり系が活動することもあることを念頭に置いておくことが必要である。

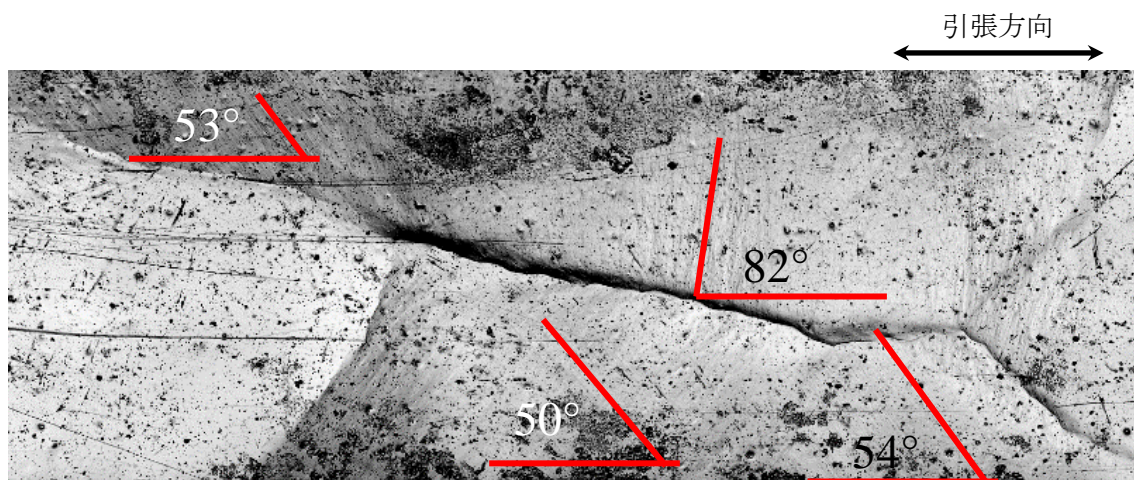


Fig. 4.16 Observation of slip lines and measurement of angle between slip lines and tensile axis

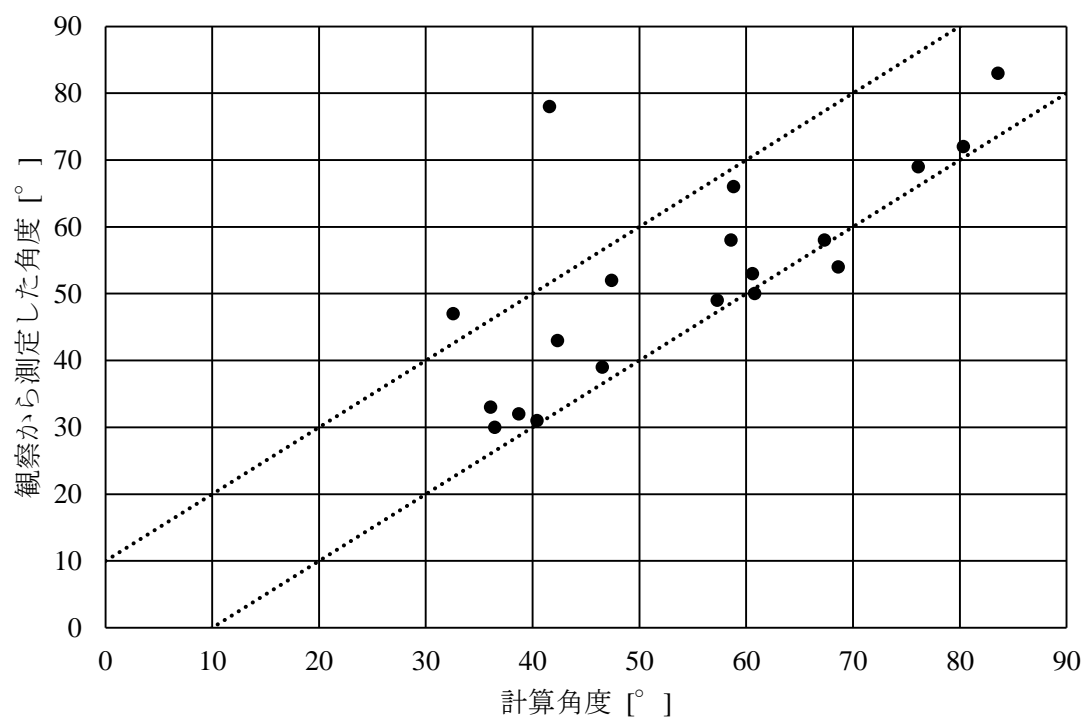


Fig. 4.17 Measured angle from observation vs. calculated angle based on slip plane of specimen B

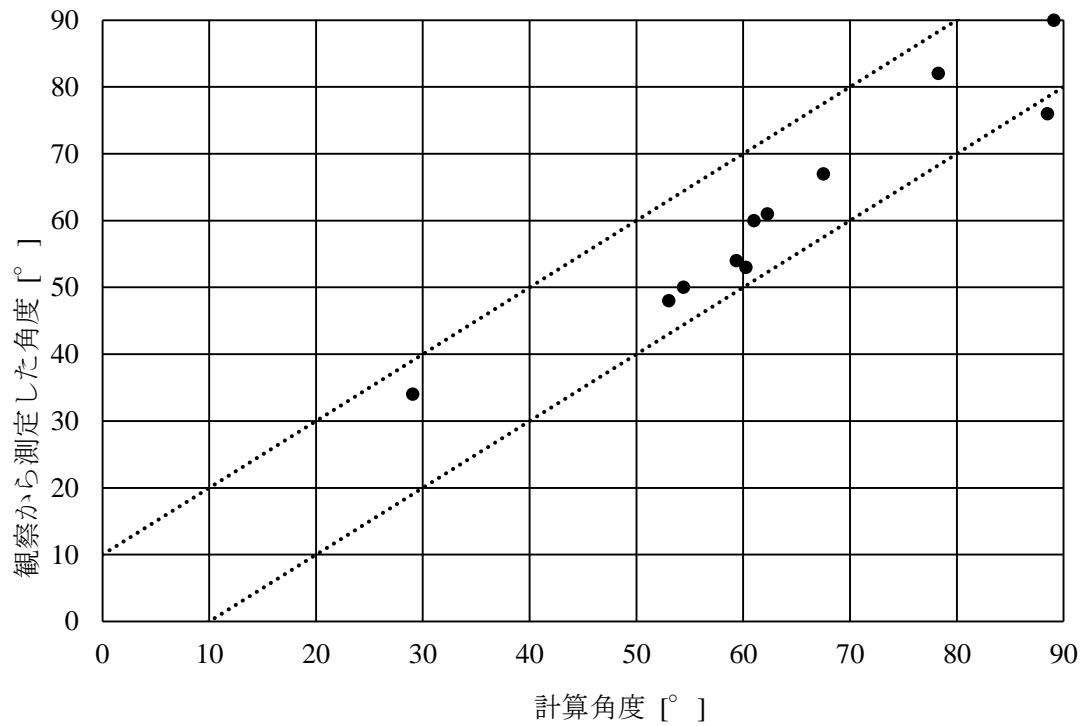


Fig. 4.18 Measured angle from observation vs. calculated angle based on slip plane of specimen C

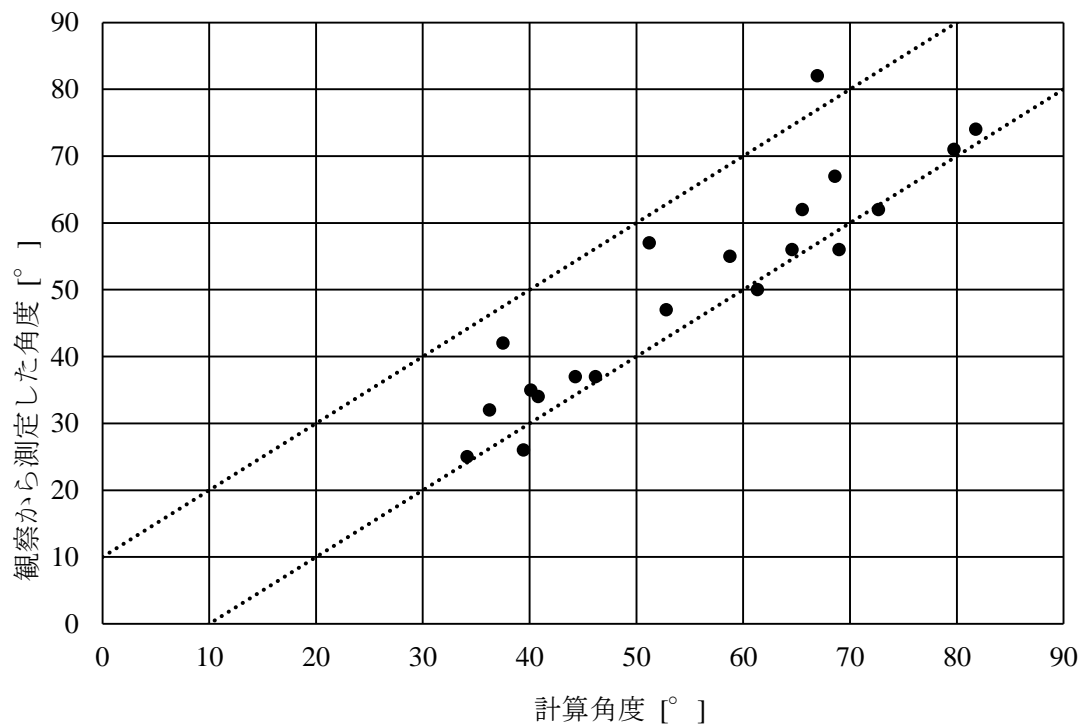


Fig. 4.19 Measured angle from observation vs. calculated angle based on slip plane of specimen D

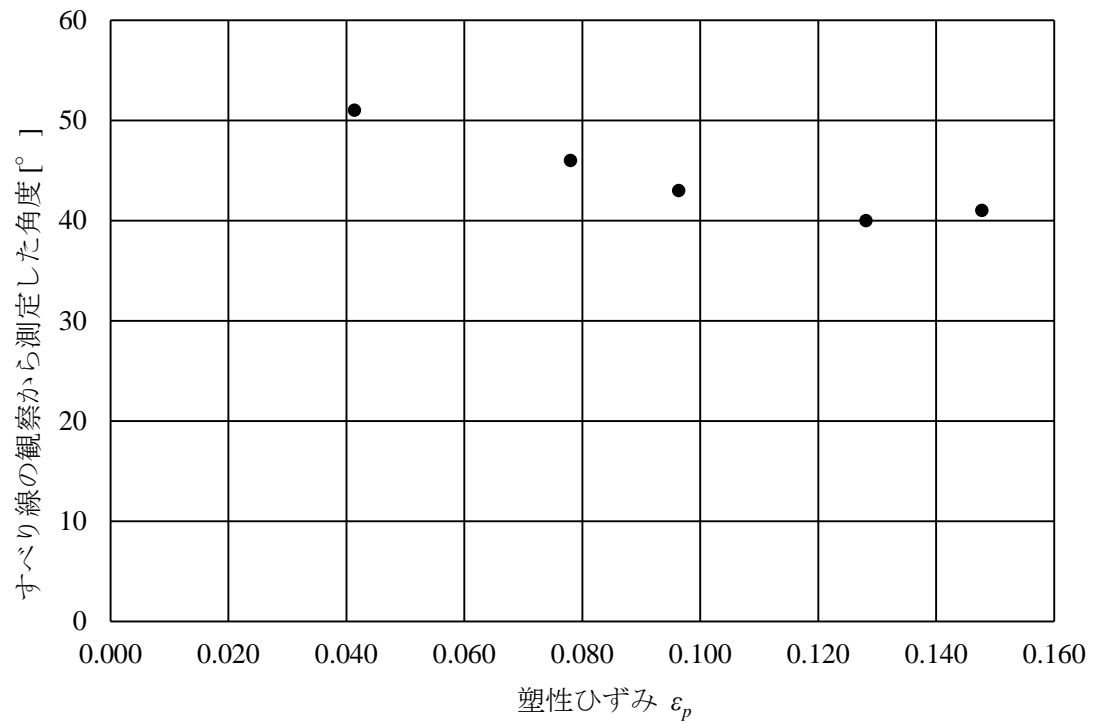


Fig. 4.20 Measured angle from observation vs. plastic strain of a certain grain

4.4.5 表面あれ進展メカニズム

4.4.3 では、表面プロファイル形成に及ぼす結晶方位の影響を調査するためには、個々の結晶粒のすべり面とすべり方向を特定し、それら結晶粒の変形挙動を観察することが必要であることを示した。さらに、4.4.4 では個々の結晶粒の活動すべり系を特定し、ほとんどの結晶粒が一次すべり系で変形することを検証した。本節では、近い結晶方位、同じ活動すべり系を有する結晶粒の変形挙動を比較し、その結果に基づいて表面プロファイル形成に及ぼす結晶方位の影響と表面あれ進展メカニズムを考察する。

Table 4.6 – Table 4.9 の結晶方位分析の結果から、比較的近い結晶方位を有しており、さらに活動すべり系が同じである結晶粒のうち以下の三組に注目する。Fig. 4.21 (a)は試験片 B の結晶粒 19 とその周囲の結晶粒の IPF マップである。結晶粒 19 (試験片 B) のミラー指数は $[85\bar{3}]$ である (Table 4.7)。Fig. 4.21 (b)は試験片 D の結晶粒 31 とその周囲の結晶粒の IPF マップである。結晶粒 31 (試験片 D) のミラー指数は $[43\bar{1}]$ である (Table 4.9)。結晶粒 19 (試験片 B) と結晶粒 31 (試験片 D) の結晶粒の大きさはおよそ同じスケールである。Fig. 4.28 (a)は試験片 B の結晶粒 6 とその周囲の結晶粒の IPF マップである。結晶粒 6 (試験片 B) のミラー指数は $[59\bar{1}]$ である (Table 4.7)。Fig. 4.22 (b)は試験片 C の結晶粒 18 とその周囲の結晶粒の IPF マップである。結晶粒 18 (試験片 C) のミラー指数は $[34\bar{1}]$ である (Table 4.8)。結晶粒 6 (試験片 B) と結晶粒 18 (試験片 C) の結晶粒の大きさは異なり、結晶粒 18 の方がおよそ 4 倍ほど大きい。Fig. 4.23 (a)は試験片 B の結晶粒 20 とその周囲の結晶粒の IPF マップである。結晶粒 6 (試験片 B) のミラー指数は $[6\bar{7}3]$ である (Table 4.7)。Fig. 4.23 (b)は試験片 D の結晶粒 20 とその周囲の結晶粒の IPF マップである。結晶粒 20 (試験片 D) のミラー指数は $[49\bar{1}]$ である (Table 4.9)。結晶粒 20 (試験片 B) と結晶粒 20 (試験片 D) の結晶粒の大きさはおよそ同じスケールである。以上の三組の塑性変形に伴う三次元的な変形挙動を比較する。

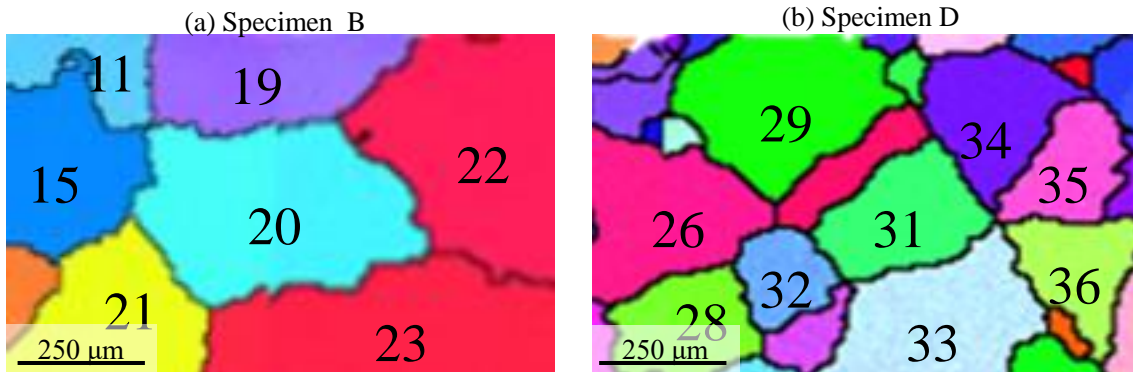


Fig. 4.21 IPF maps (a) Grain 19 with surrounding grains of specimen B (b) Grain 31 with surrounding grains of specimen D

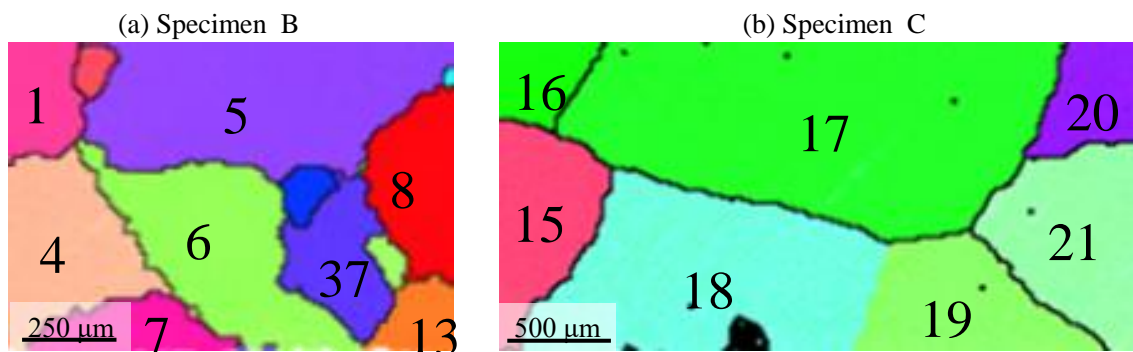
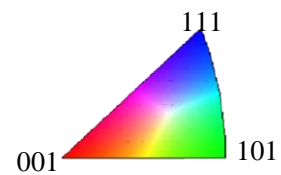


Fig. 4.22 IPF maps (a) Grain 6 with surrounding grains of specimen B (b) Grain 18 with surrounding grains of specimen C

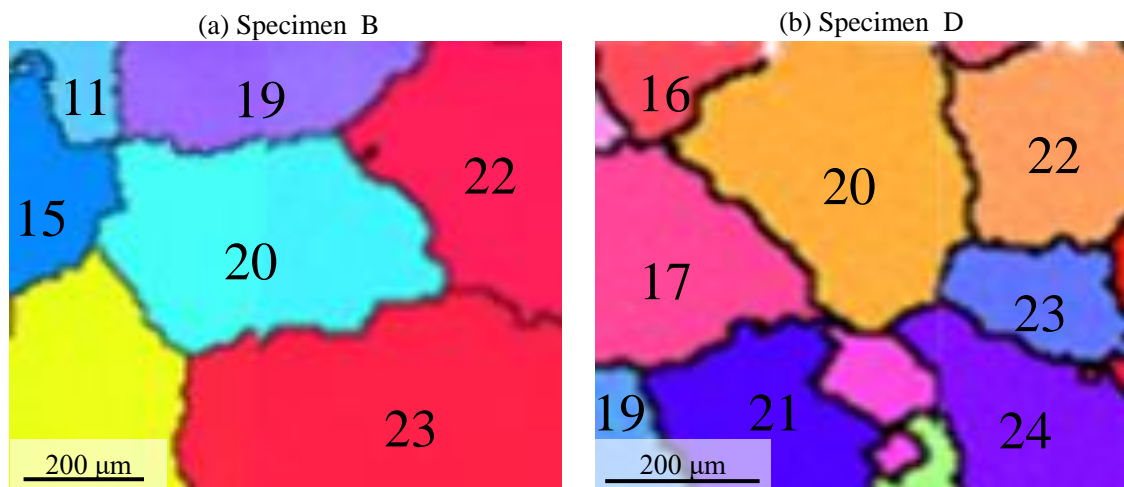


Fig. 4.23 IPF maps (a) Grain 20 with surrounding grains of specimen B (b) Grain 20 with surrounding grains of specimen D

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

Fig. 4.24 は、Fig. 4.21 (a)の結晶粒 19 の三次元変形挙動を示している。結晶粒 19（試験片 B）では、引張軸に対して 58° のすべり線が観察され（Fig. 4.24 (a)）、さらに引張方向右を 0 時の方向とすると、それに対しておよそ 1 時から 2 時の間の方向に沈み込んでいく挙動が観察された（Fig. 4.24 (b)）。この方向は、結晶粒のすべり方向にもおよそ一致する。また、その凹凸の形成は、結晶粒単位で起きていることもわかる。結晶粒 19 のミラー指数[853]とすべり面($\bar{1}11$)から、4.4.4 で述べた計算方法を用いて引張軸とすべり線のなす角度を計算した結果は、 61° であった。これは、活動したすべり系は($\bar{1}11$) $\langle\bar{1}0\bar{1}\rangle$ であることを表している。それに対し、Fig. 4.25 は、Fig. 4.21 (b)の結晶粒 31 の三次元変形挙動を示している。結晶粒 31（試験片 D）では、引張軸に対して 65° のすべり線が観察され（Fig. 4.25 (b)）、さらに引張方向右を 0 時の方向とすると、それに対しておよそ 1 時から 2 時の方向に沈み込んでいく挙動が観察された（Fig. 4.25 (b)）。これも同様に結晶粒のすべり方向におおよそ一致している。これは、試験片 B の結晶粒 19 の変形挙動と一致している。また、その凹凸の形成は結晶粒 19 同様、結晶粒単位で起きていた。結晶粒 31 のミラー指数[431]とすべり面($\bar{1}11$)から、4.4.4 で述べた計算方法を用いて引張軸とすべり線のなす角度を計算した結果は、 66° であった。これは、結晶粒 31 の活動したすべり系は($\bar{1}11$) $\langle\bar{1}0\bar{1}\rangle$ であることを表している。つまり、結晶粒 19（試験片 B）と結晶粒 31（試験片 D）を比較すると、比較的似た結晶方位を有するこれら 2 つの結晶粒は共に($\bar{1}11$) $\langle\bar{1}0\bar{1}\rangle$ のすべり系が活動し、三次元的変形挙動も引張軸に対してほぼ同じ方向に沈み込んでいくことが観察された。さらに、どちらの変形も結晶粒一つの変形に対応していた。これは、一次すべり系（シュミット因子が最大となるすべり系）によって生じるすべり変形が表面の凹凸を形成していることを表している。したがって、表面あれ進展メカニズムの一つに、一次すべり系のすべり変形によって結晶粒が傾き、それが凹凸につながったことが考えられる。

次に似た結晶方位を有しているが、結晶粒径が大きく異なる結晶粒 6（試験片 B）と結晶粒 18（試験片 C）の変形挙動を調査する。

Fig. 4.26 は、Fig. 4.22 (a)の結晶粒 6 の三次元変形挙動を示している。結晶粒 6（試験片 B）では、引張軸に対して 60° のすべり線が観察され（Fig. 4.26 (a)）、さらに引張方向右を 0 時の方向とすると、それに対しておよそ 1 時から 2 時の間の方向に沈み込んでいく挙動が観察された（Fig. 4.26 (b)）。この方向は、結晶粒のすべり方向にもおよそ一致する。また、その凹凸の形成は、結晶粒単位で起きていることもわかる。結晶粒 6 のミラー指数[591]とすべり面($\bar{1}11$)から、4.4.4 で述べた計算方法を用いて引張軸とすべり線のなす角度を計算した結果は、 67° であった。これは、活動したすべり系は($\bar{1}11$) $\langle 01\bar{1}\rangle$ であることを表している。ここまでは、前述の変形挙動と同じである。

それに対し、Fig. 4.27 は、Fig. 4.22(b)の結晶粒 18 の三次元変形挙動を示している。結晶粒 18（試験片 C）では、引張軸に対して 47° のすべり線が観察され（Fig. 4.27 (a)）、計算した角度は、 54° であったため、これも同じすべり系($\bar{1}11$) $\langle 01\bar{1}\rangle$ が活動したと言える。しかし、沈む込む方向はこれまでと異なり、Fig. 4.27 (b)に示すように I、II の 2 パターンが考えられ、

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

さらに上記の 3 つの結晶粒は結晶粒の粒界が凸部と凹部の両方に対応していたが、結晶粒 18 の場合、凸部は粒界上であるが、凹部は粒内で観察されていることがわかる。I の方向は、結晶粒 18 のすべり方向と一致するため、上述のメカニズムと同じであると考えられる。しかし、II の方向はすべり方向とは異なるため、結晶粒 6 (試験片 B) とは異なるメカニズムであることが推測される。そこで II の場合、そこで隣接する結晶粒 17 との相互作用を考える。

結晶粒 17 は、ミラー指数 $[6\bar{8}1]$ 、シュミット因子 0.45 を有する結晶粒である。結晶粒 17 のすべり線を観察した結果、引張軸とのなす角度は 47° であり、計算した角度は 52° であるため、一次すべり系が活動する結晶粒である。Fig. 4.11 から結晶粒 17 の変形挙動を観察すると、引張方向右を 0 時の方向とすると 7 時から 8 時の方向に沈み込んでいることがわかる。この方向は、結晶粒 17 のすべり方向とおおよそ一致するため、結晶粒 17 の変形挙動は、上述したすべり変形によって生じる表面あれメカニズムに当てはまる。そのため、結晶粒 17 と結晶粒 18 の粒界は凸部となる。したがって、結晶粒 18 は、結晶粒 18 自身のすべり変形と結晶粒 17 の変形による影響の二つが合わさったことに加え、結晶粒 18 の結晶粒径が大きいことが粒内に凹部を形成する変形挙動になったと考えられる。

最後に、試験片 B の結晶粒 20 と試験片 D の結晶粒 20 の調査から、上記 2 つとはまた異なるメカニズムが観察された。Fig. 4.28 は、Fig. 4.23 (a) の結晶粒 20 の三次元変形挙動を示している。結晶粒 20 (試験片 B) では、引張軸に対して 60° のすべり線が観察され (Fig. 4.28 (a))、さらに引張方向右を 0 時の方向とすると、それに対しておおよそ 6 時から 9 時の間の方向に沈み込んでいく挙動が観察された (Fig. 4.28 (b))。また、その凹凸の形成は、結晶粒単位で起きていることもわかる。結晶粒 20 のミラー指数 $[6\bar{7}3]$ とすべり面 $(1\bar{1}\bar{1})$ から、4.4.4 で述べた計算方法を用いて引張軸とすべり線のなす角度を計算した結果は、 61° であった。これは、活動したすべり系は $(1\bar{1}\bar{1}) < 0\bar{1}\bar{1} >$ であることを表している。これは、一つ目のメカニズムの結晶粒単体のすべり変形に当てはまる。それに対して、Fig. 4.29 は、Fig. 4.23 (b) の結晶粒 20 の三次元変形挙動を示している。結晶粒 20 (試験片 D) では、引張軸に対して 40° のすべり線が観察され (Fig. 4.27 (a), $\epsilon_p = 0.05$)、計算した角度は、 46° であったため、これも同じすべり系 $(\bar{1}11) < 01\bar{1} >$ が活動したと言える。しかし、沈む込む方向はこれまでと異なり、一つの方向に定めることができず、粒内で 2 つの凹凸を生じている (Fig. 4.29 の領域 i, ii)。ここで、領域 ii に注目すると、引張軸に対して 40° のすべり線 (Fig. 4.27 (a), $\epsilon_p = 0.05$) とは異なる引張軸に対して 86° をなすすべり線が生じている。しかし、この領域はほかの結晶粒ではなく結晶粒 20 (試験片 D) であることが表面性状の粒界をなぞることによって確認されている。そのため、 86° のすべり線は結晶粒 20 (試験片 D) から生じたものであると考えられる。そこで、結晶粒 20 (試験片 D) の 12 パターンのすべり系に対してシュミット因子とすべり線の角度を計算すると、Table 4.9 のような結果となる。Table 4.9 において、シュミット因子の最も高いすべり系 $(\bar{1}11) < 01\bar{1} >$ は、上述した領域 i に関与してるすべり系である。そして、二番目にシュミット因子の高いすべり系 $(1\bar{1}\bar{1}) < 011 >$ の角度を見ると 83° であり、

第4章 表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

観察された 86° と近い値となっている。したがって、試験片 D の結晶粒 20 は、一次すべり系と二次すべり系の両方が活動し、それによって複雑な凹凸が形成されていると考えられる。試験片 D の結晶粒 20 で二次すべり系が活動した原因は、隣接した結晶粒 22 の影響であると考えられる。結晶粒 22 の変形挙動は、結晶粒 22 のみのすべり変形のみで生じている一つのメカニズムに当てはまる (Fig. 4.12 (a)) ことが観察された。そのため、これは上述した試験片 C の結晶粒 17 と結晶粒 18 の相互作用と同じ現象であると考えられる。

以上をまとめると、似た結晶方位を有した結晶粒の三次元的変形挙動を比較することによって、以下の三つの表面プロファイル形成のメカニズムを考察した。

1. 結晶粒の一次すべり系によるすべり変形

これは、ある結晶粒のシュミット因子の最も大きいすべり系が活動し、そのすべり変形によって結晶粒が傾くことによって凹凸が生じるというメカニズムである。このメカニズムは、その結晶粒のシュミット因子が周囲の結晶粒に比べて比較的高いときに生じると予想できる。

2. 結晶粒の一次すべり系によるすべり変形および隣接する結晶粒の影響による粒内凹部形成

これは、その結晶粒の一次すべり系の活動と隣接する結晶粒の一次すべり系の活動が合わさることによって粒内で凹部が形成されるというメカニズムである。このメカニズムは、隣接する結晶粒のシュミット因子も高く、比較的大きな結晶粒径を有する結晶粒で生じると予想できる。

3. 結晶粒の一次すべり系によるすべり変形および隣接する結晶粒による二次すべり系活動の誘発

これは、ある結晶粒の一次すべり系の活動に加え、隣接する結晶粒の影響によって二次すべり系が活動することによって、結晶粒内で複雑な傾きが生じ、凹凸を形成するというメカニズムである。このメカニズムは、その結晶粒の一次すべり系および二次すべり系の両者が高く、さらに隣接する結晶粒のシュミット因子が高いときに生じると予想できる。

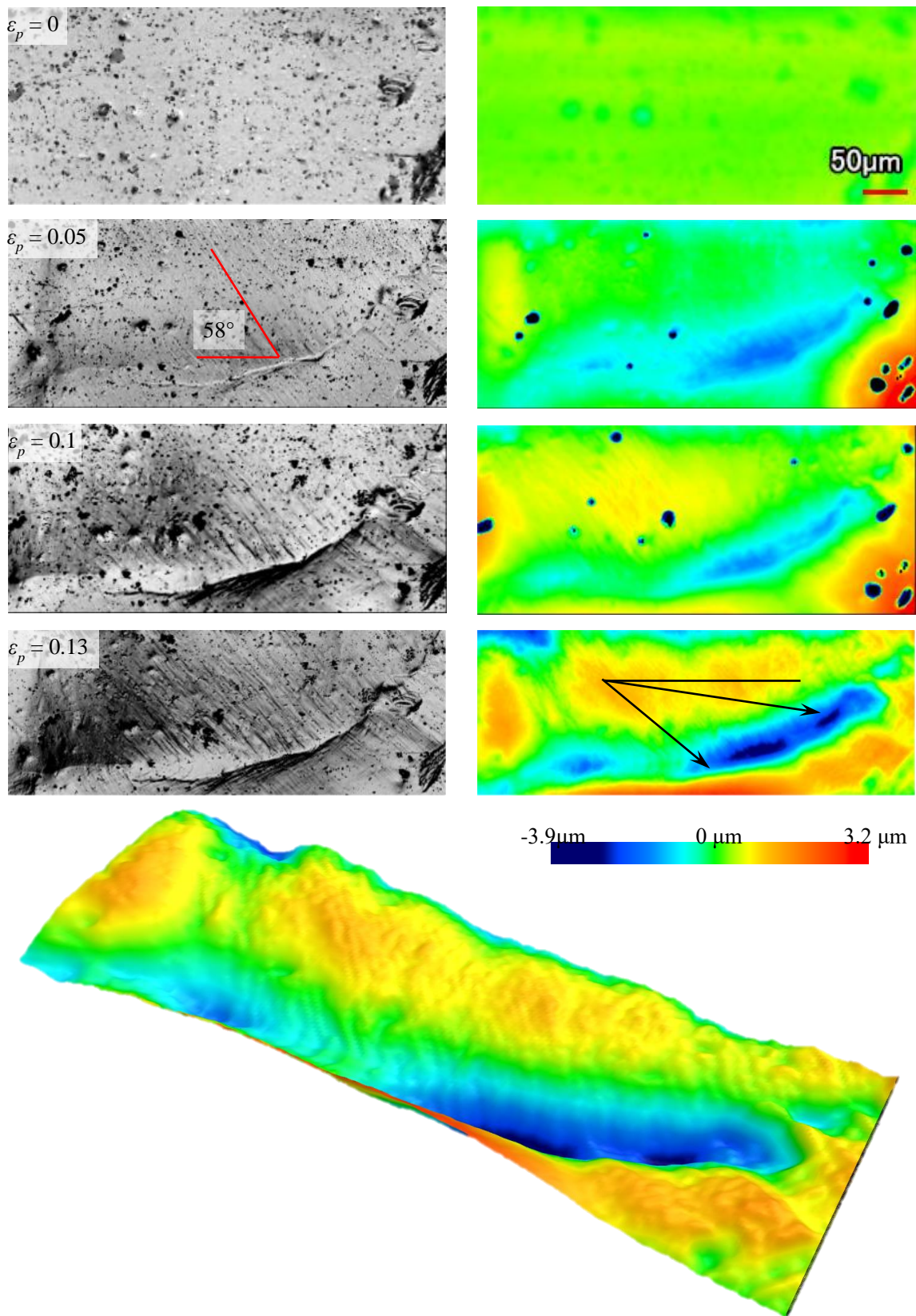


Fig. 4.24 Three dimensional deformation behavior of grain 19 of specimen B

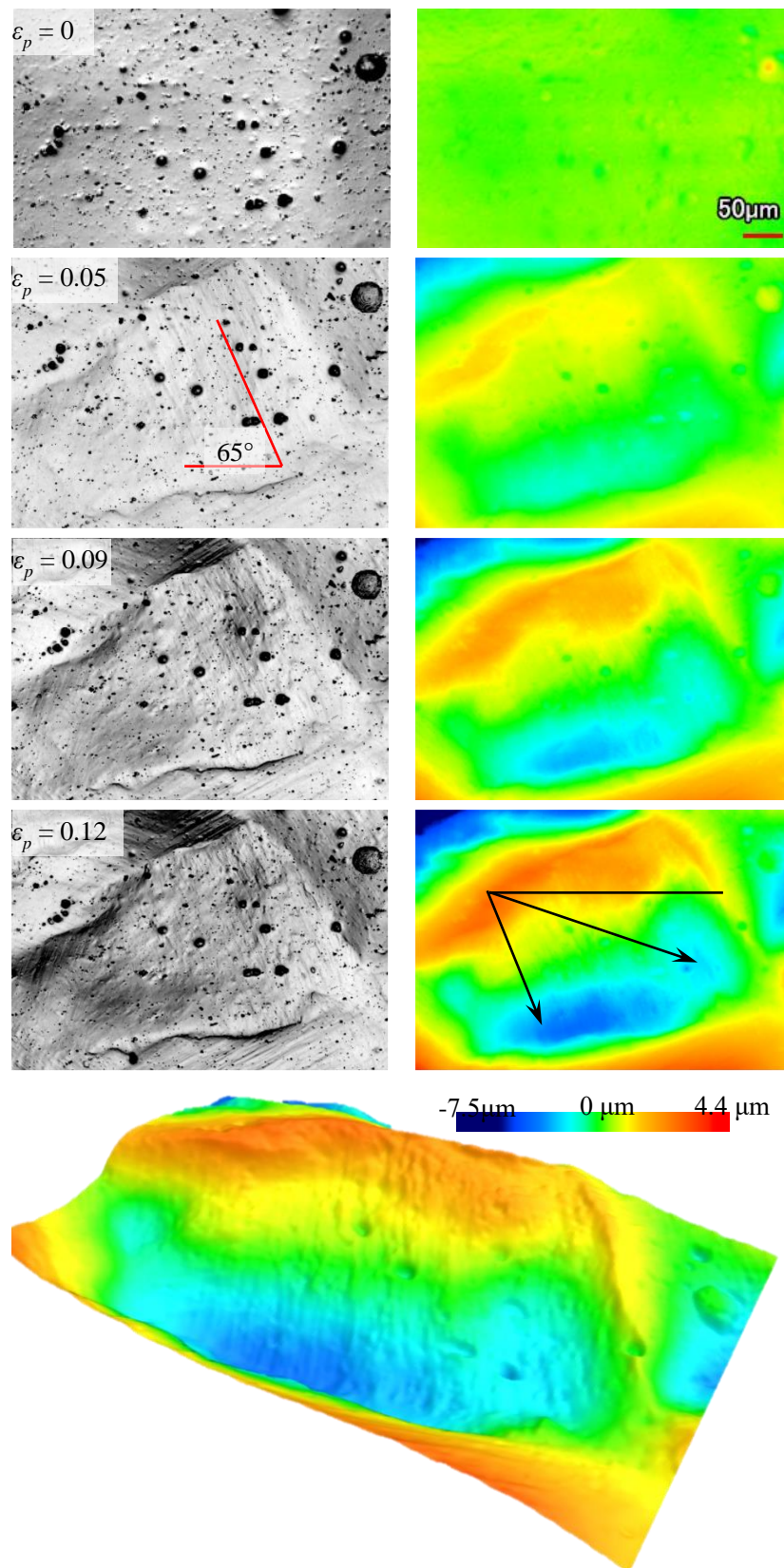


Fig. 4.25 Three dimensional deformation behavior of grain 31 of specimen D

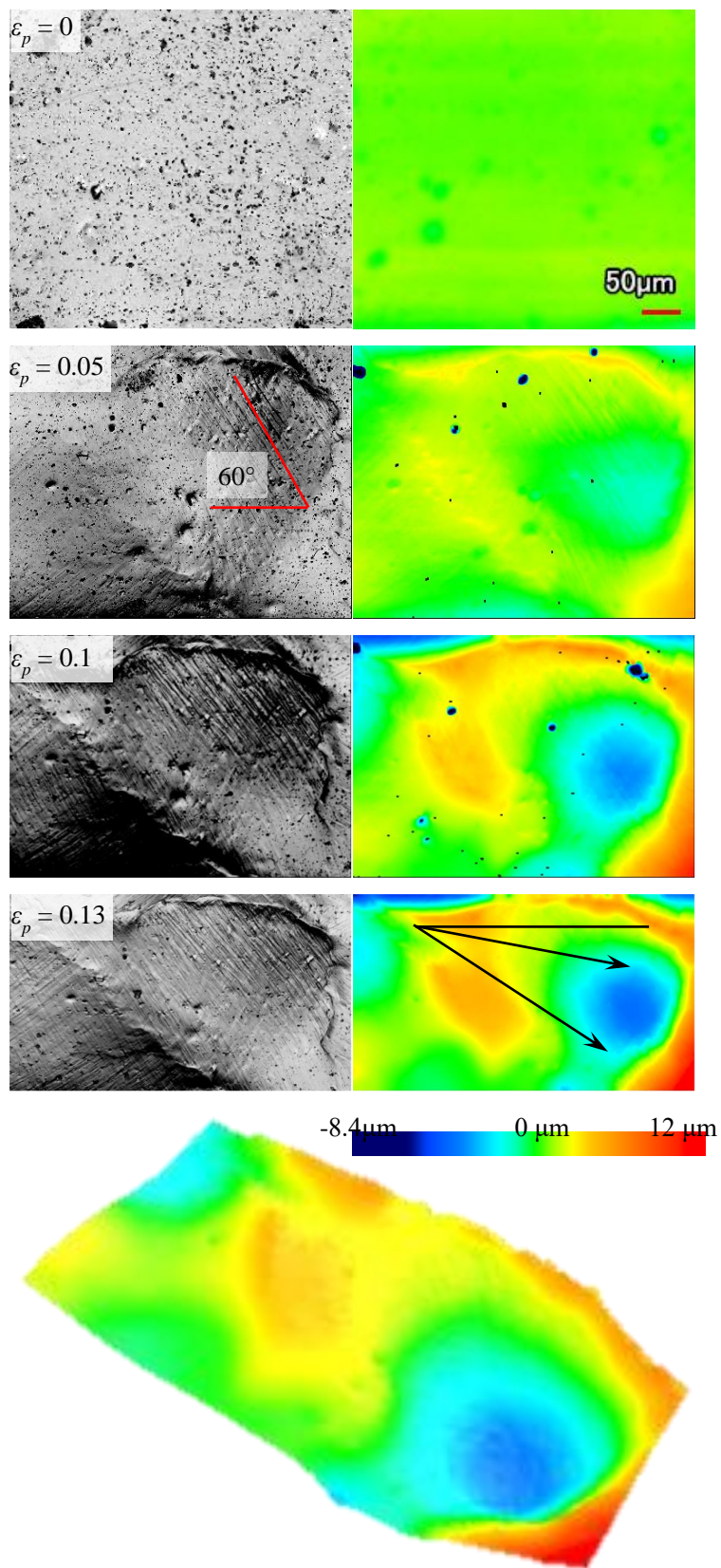


Fig. 4.26 Three dimensional deformation behavior of grain 6 of specimen B

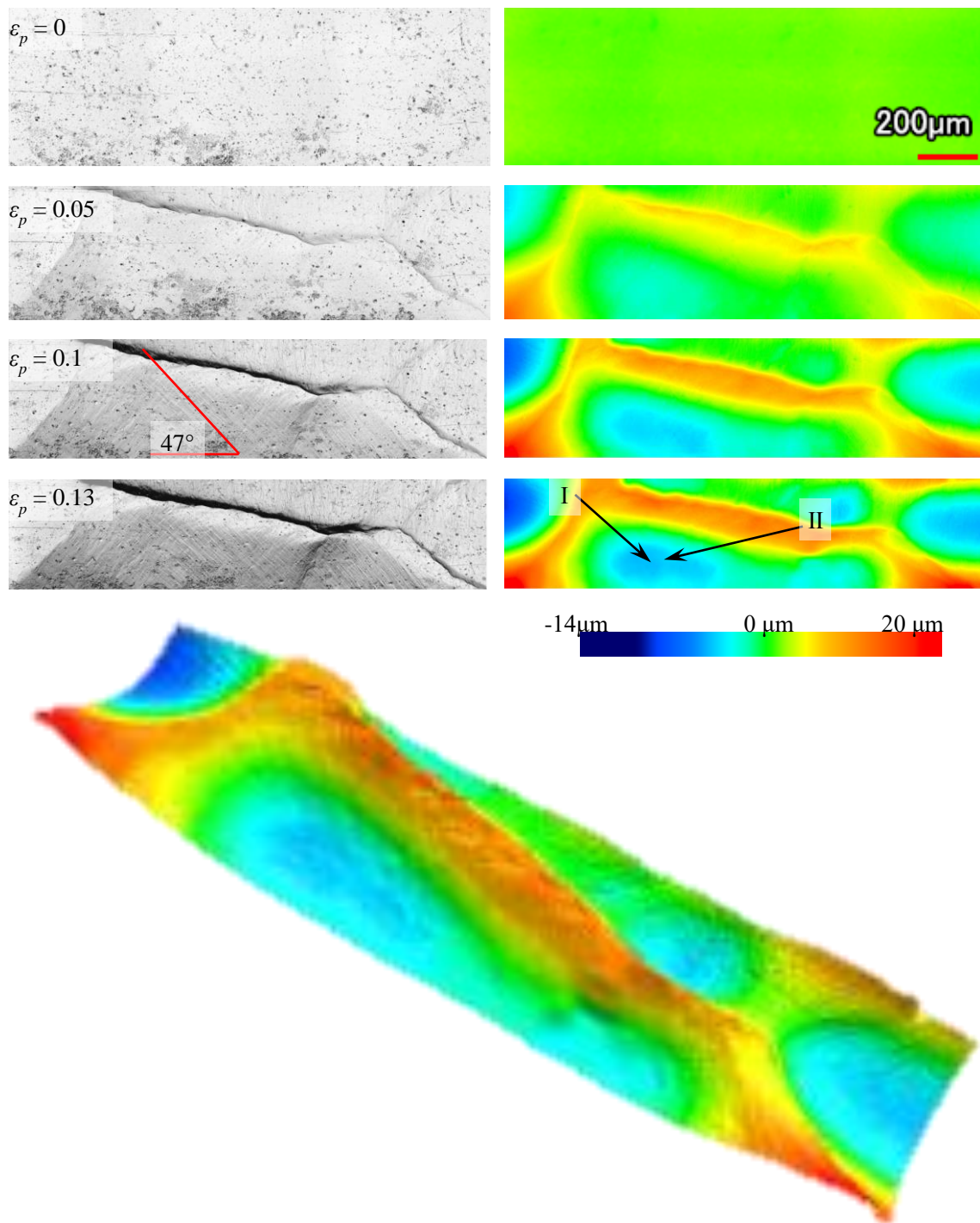


Fig. 4.27 Three dimensional deformation behavior of grain 18 of specimen C

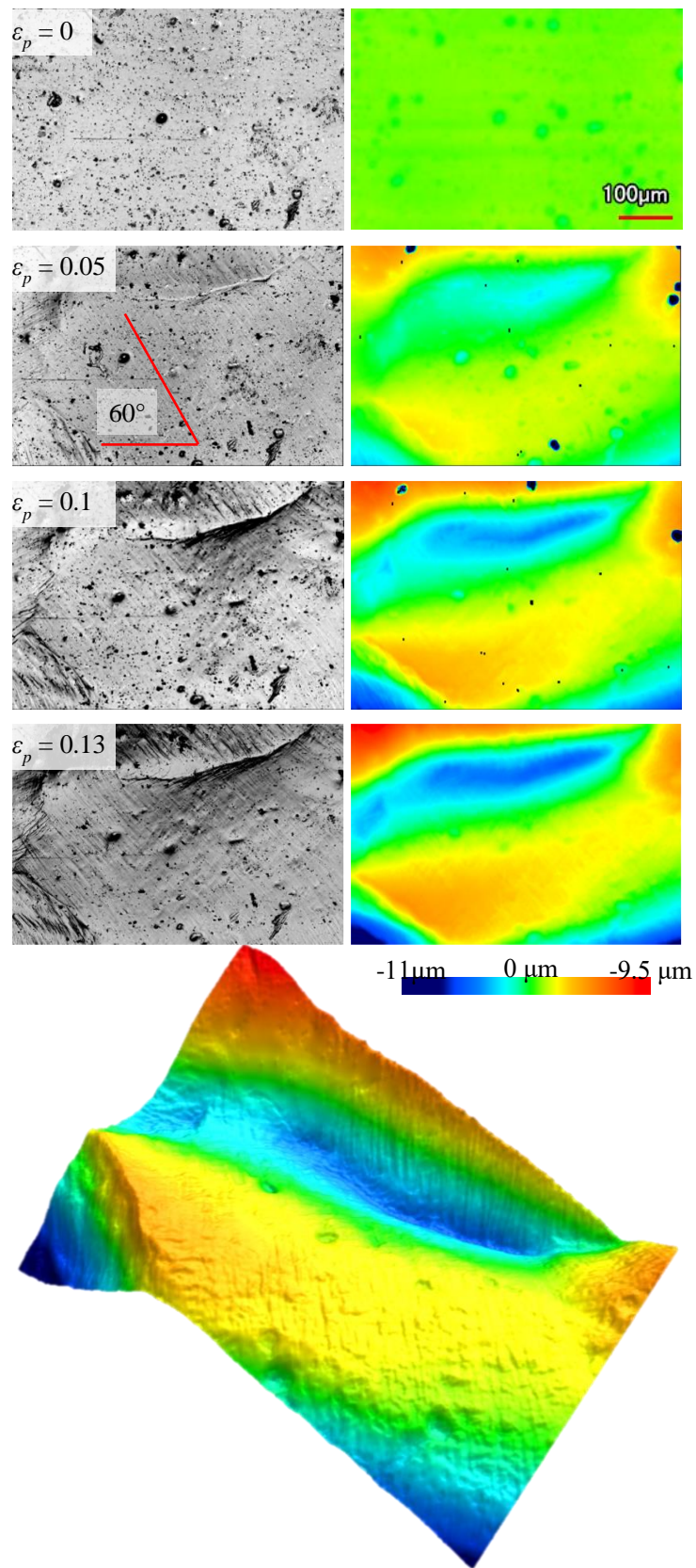


Fig. 4.28 Three dimensional deformation behavior of grain 20 of specimen B

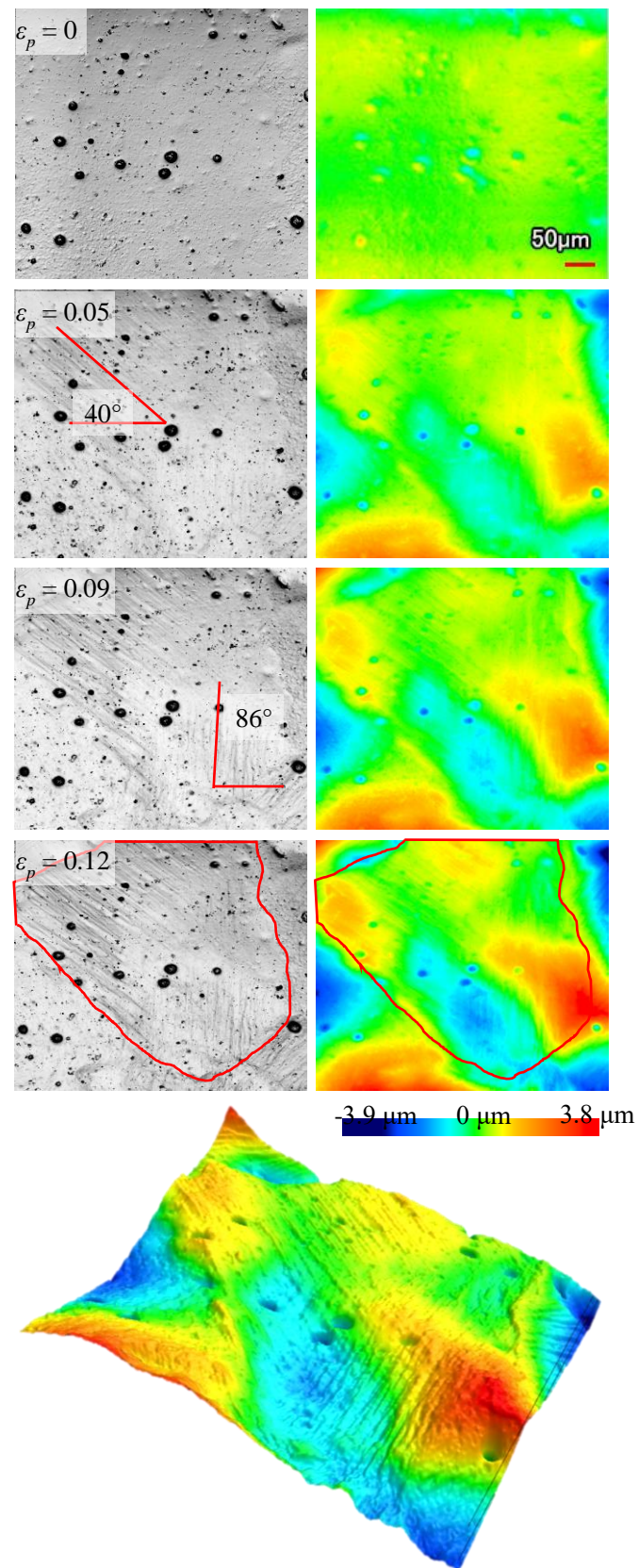


Fig. 4.29 Three dimensional deformation behavior of grain 20 of specimen D

Table 4.9 Slip systems and angle of slip lines to tensile direction of grain 20 of specimen D

Slip plane			Slip direction			Schmid factor	Angle [°]
1	1	1	1	0	-1	0.06	61
1	1	1	1	-1	0	0.26	61
1	1	1	0	1	-1	0.21	61
1	-1	-1	1	0	1	0.21	46
1	1	-1	1	-1	0	0.34	22
1	1	-1	1	0	1	0.11	22
1	-1	1	1	1	0	0.32	83
1	-1	1	1	0	-1	0.15	83
1	-1	1	0	1	1	0.48	83
1	-1	-1	1	1	0	0.29	46
1	1	-1	0	1	1	0.23	22
1	-1	-1	0	1	-1	0.5	46

4.5 メカニズム追記

結晶粒の傾斜がどのように形成されているかを微視的に調査すると、すべり変形と剛体回転によって、生じていることが新たに観察され、このメカニズムが主要である可能性があるため追記する。

試験片 B の結晶粒 1, 4, 5, 6 を **Fig. 4.30** に示す。 **Table 4.7** から、結晶粒 1, 4, 5, 6 のすべり系を特定し、考えやすいように、これらの結晶座標系のすべり系を試料座標系に変換すると、 **Table 4.10** のようになる。

これらの結晶粒とすべり系を模式的に表すと **Fig. 4.31** のようになる。 RD-TD 面が、試料表面であり、座標軸中の三角形が各結晶粒のすべり面とすべり方向を表している。これらの結晶粒が変形を受けると、まずシュミット因子の大きい結晶粒が先に変形する。その時の、すべり方向がこれと一致することが観察からも見られている。ここで、各結晶粒のすべり方向に注目してみると、これらの結晶粒のすべり方向は ND 方向に変形しにくい方向を向いている。一方で、この緑の結晶粒は比較的 ND 方向にすべり変形する方向を向いている。そのため、緑の結晶粒のみすべりによって、3 次元的に変形する。すると、不連続性が発生してしまう。それを解消するために、隣接結晶粒が剛体回転することによって、凸部が形成されます。このように、結晶粒の ND 方向へのすべり変形する結晶粒が起点となり、周囲の結晶粒の剛体回転と組み合わせることによって、凹凸が形成されていることが考えられる。

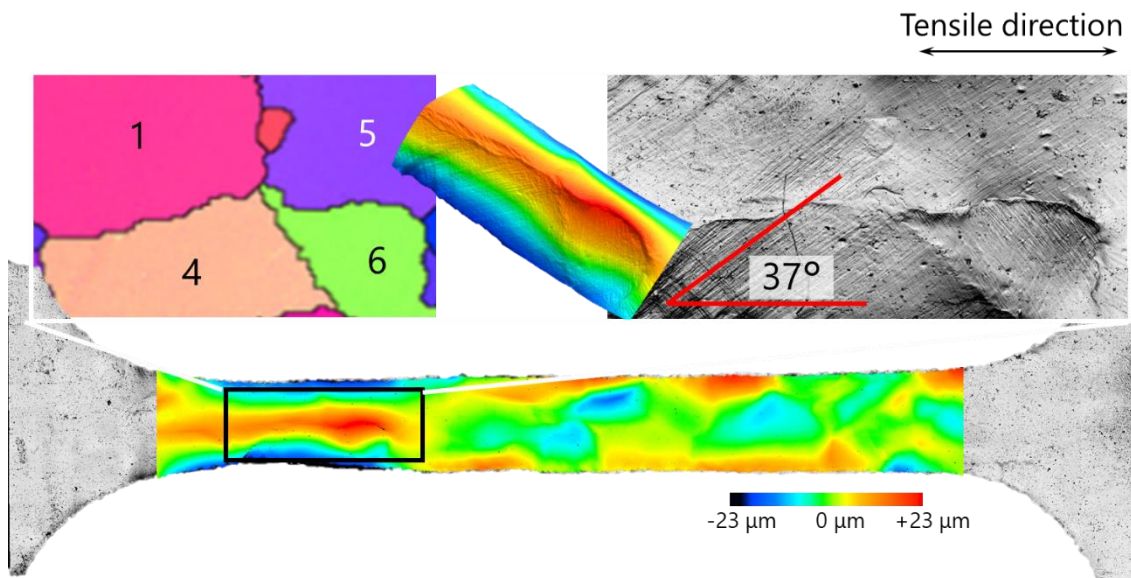


Fig. 4.30 IPF map of grain 1, 4, 5, 6 and corresponding profile

Table 4.10 Transformation from crystallographic coordinate to sample coordinate

Grain No.	Crystal orientation	Active slip system in crystallographic coordinate	Active slip system in sample coordinate
1	[9-2-3]	(11-1)<1-10>	(230)<3-20>
4	[-29-4]	(11-1)<-110>	(1-10)<331>
5	[8-5-4]	(1-11)<10-1>	(1-11)<32-1>
6	[-59-1]	(-111)<01-1>	(212)<3-2-2>

Crystallographic coordinate

Transformation

Sample coordinate

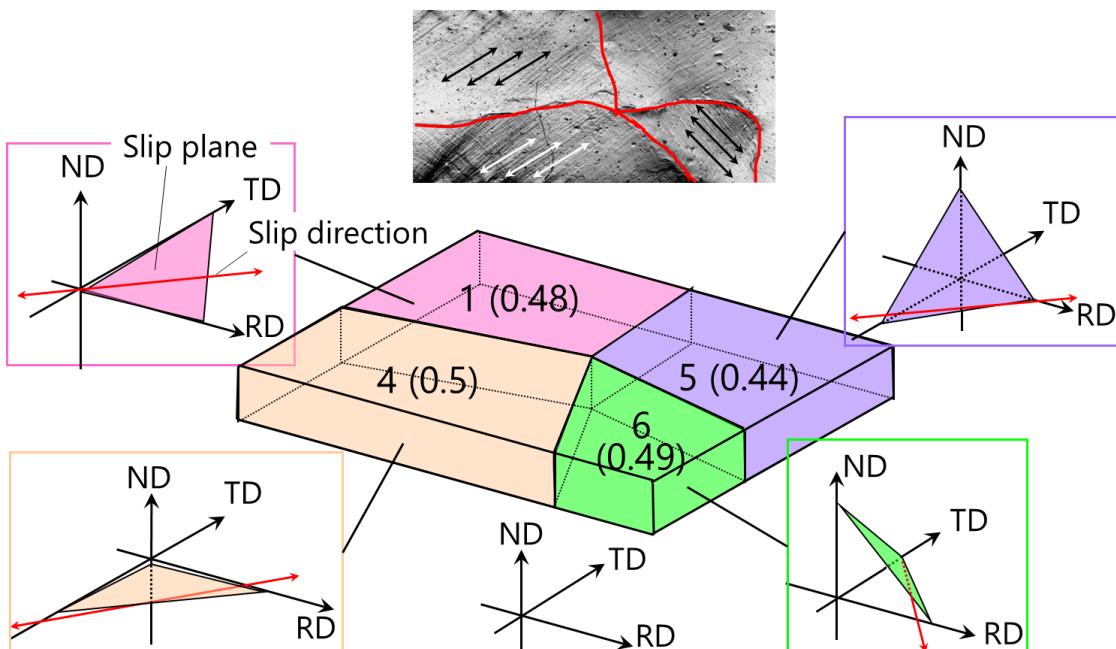


Fig. 4.31 Mechanism of forming valley and peak

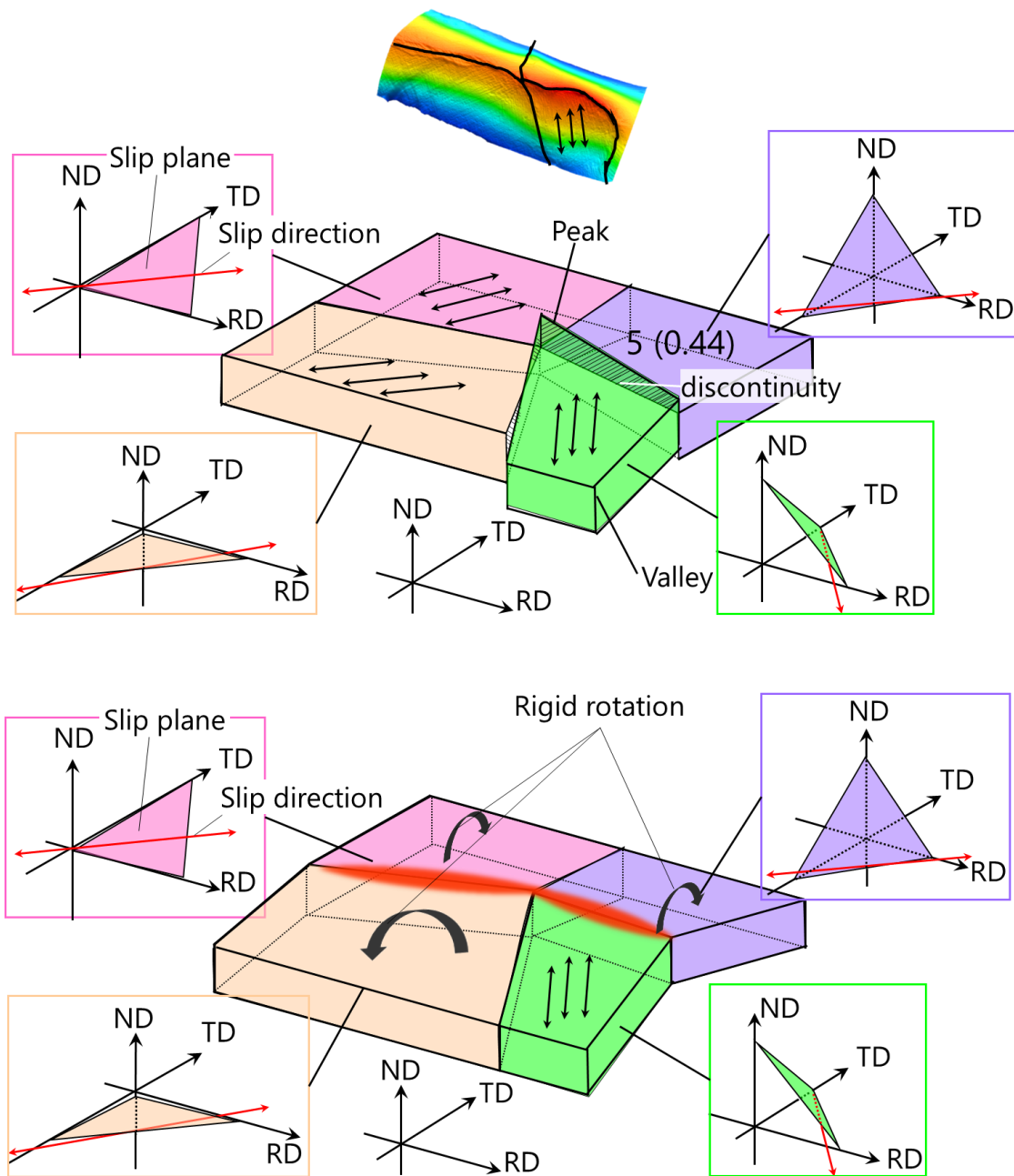


Fig. 4.31 Mechanism of forming valley and peak

4.6 まとめ

4種類の少数結晶試験片を用いて、結晶組織と表面あれ進展の連続観察を行った。少数結晶試験片は、下層の拘束を受けない板厚方向に結晶粒が1層の試験片である。連続観察の結果、少数結晶試験片の表面あれ挙動には以下の3つの特徴が見られた。

1. 表面粗さは、多結晶材料と同様にひずみに対して線形的に増加した。
2. 表面の凹凸は、そのほとんどが結晶粒界と一致した。
3. 上面のプロファイルと下面のプロファイルは、符号が反対の同じパターンを形成する。

以上の3つから、表面あれは結晶粒が傾く変形をすることによって生じる現象であることが明らかとなった。

さらに、すべての結晶粒のすべり系を特定し、似た結晶方位を有する結晶粒の三次元的変形挙動を連続観察することによって、以下の4つの表面あれメカニズムが提案された。

メカニズム1: 結晶粒の一次すべり系によるすべり変形

メカニズム2: メカニズムI+ 隣接する結晶粒の影響による粒内凹部形成

メカニズム3: メカニズムI+ 結晶粒の一次すべり系によるすべり変形および隣接する結晶粒による二次すべり系活動の誘発

メカニズム4: 結晶粒の一次すべり系によるすべり変形および隣接結晶粒の剛体回転

第5章 結 言

第5章 結 言

本研究では、多結晶金属の表面あれ挙動と結晶組織の關係に注目し、表面あれメカニズムを解明することを目的とした。表面あれ進展および結晶組織の連続観察法によって、表面あれ挙動の時々刻々の観察と両者の關係の調査を行った。連続観察から得られた知見を以下にまとめる。

表面あれ進展係数に及ぼす結晶組織学的影響因子

6 種類の FCC 結晶構造を有する多結晶金属を用いて、結晶組織と表面あれの連続観察を行った。連続観察結果から、表面あれ進展係数に及ぼす結晶組織学的影響因子を明確にした。表面あれ進展係数には、シュミット因子のばらつきと結晶粒径のばらつきの両者が影響していることが明らかとなった。また、結晶粒の回転による表面あれ進展は今回見られなかった。したがって、結晶方位と結晶粒径の分布によって生じる結晶粒の強度の不均一性が表面粗さ増加割合に大きな影響を及ぼしていることが考えられる。

表面プロファイル形成に及ぼす結晶組織の影響

少数結晶試験片を用いて、結晶組織と表面あれ進展の連続観察を行った。少数結晶試験片は、下層の拘束を受けない板厚方向に結晶粒が 1 層の試験片である。連続観察の結果、少数結晶試験片の表面あれ挙動には以下の 3 つの特徴が見られた。

1. 表面粗さは、多結晶材料と同様にひずみに対して線形的に増加した。
2. 表面の凹凸は、そのほとんどが結晶粒界と一致した。
3. 上面のプロファイルと下面のプロファイルは、符号が反対の同じパターンを形成する。

以上の 3 つから、表面あれは結晶粒が傾く変形をすることによって生じる現象であることが明らかとなった。

さらに、すべての結晶粒のすべり系を特定し、似た結晶方位を有する結晶粒の三次元的変形挙動を連続観察することによって、以下の 3 つの表面あれメカニズムを提案した。

メカニズム 1: 結晶粒の一次すべり系によるすべり変形

これは、ある結晶粒のシュミット因子の最も大きいすべり系が活動し、そのすべり変形によって結晶粒が傾くことによって凹凸が生じるというメカニズムである。このメカニズムは、その結晶粒のシュミット因子が周囲の結晶粒に比べて比較的高いときに生じると予想できる。

メカニズム 2: メカニズム I + 隣接する結晶粒の影響による粒内凹部形成

これは、その結晶粒の一次すべり系の活動と隣接する結晶粒の一次すべり系の活動が合わさることによって粒内で凹部が形成されるというメカニズムである。このメカニズムは、隣接する結晶粒のシュミット因子も高く、比較的大きな結晶粒径を有する結晶粒で生じると予想できる。

第5章 結 言

メカニズム 3: メカニズムI + 結晶粒の一次すべり系によるすべり変形および隣接する結晶粒による二次すべり系活動の誘発

これは、ある結晶粒の一次すべり系の活動に加え、隣接する結晶粒の影響によって二次すべり系が活動することによって、結晶粒内で複雑な傾きが生じ、凹凸を形成するというメカニズムである。このメカニズムは、その結晶粒の一次すべり系および二次すべり系の両者が高く、さらに隣接する結晶粒のシュミット因子が高いときに生じると予想できる。

追記

メカニズム 4: メカニズムI + 隣接結晶粒の剛体回転

参 考 文 献

- 1) 山口 克彦：金属薄板の成形限界に影響を及ぼす因子，Journal of the JSTP vol. 49 no. 572 (2008-9)
- 2) Kozo Osakada, Moriya Oyane: On the Roughening of Free Surface in Deformation Processes, Vol. 14, No. 68, 1971
- 3) R. Mahmudi, M. Mehdizadeh: Surface roughening during uniaxial and equi-biaxial stretching of 70-30 brass sheets, Journal of Materials Processing Technology 80-81 (1998) 707-712
- 4) 山口 克彦：金属薄板の成形限界に影響を及ぼす因子，Journal of the JSTP vol. 49 no. 572 (2008-9)
- 5) 宮川 松男，小豆島 明，木村 秀途：集合組織をもつ銅板の塑性変形表面性状，伸銅技術研究会誌（1982）21 巻
- 6) 小坂田 宏造，大矢根 守哉：塑性加工における自由表面のあれについて，36 巻 286 号（昭 45-6），1017 - 1022
- 7) O. Wouters, W.P. Vellinga, R. van Tijum, J.Th.M. De Hosson: Effects of crystal structure and grain orientation on the roughness of deformed polycrystalline metals, Acta Materialia 54 (2006) 2813-2821
- 8) D. V. WILSON, W. T. ROBERTS, AND P. M. B. RODRIGUES: Effect of Grain Anisotropy on Limit Strains in Biaxial Stretching: Part I. Influence of Sheet Thickness and Grain Size in Weakly Textured Sheets, AMERICAN SOCIETY FOR METALS AND VOLUME 12A, SEPTEMBER 1981--1595
- 9) O. Wouters, W.P. Vellinga, R. Van Tijum, J.Th.M. de Hosson: On the evolution of surface roughness during deformation of polycrystalline aluminum alloys, Acta Materialia 53 (2005) 4043-4050
- 10) Yang Cai, Xiaosong Wang, Shijian Yuan: Analysis of surface roughening behavior of 6063 aluminum alloy by tensile testing of a trapezoidal uniaxial specimen, Materials Science & Engineering A 672 (2016) 184-193 Contents
- 11) Z. Zhao, R. Radovitzky, A. Cuitin˜o b A study of surface roughening in fcc metals using direct numerical simulation
- 12) Tsuyoshi Furushima, Tetsuro Masuda, Ken-ichi Manabe, PREDICTION OF FREE SURFACE ROUGHENING BY 2D AND 3D FE MODEL CONSIDAERING MATERIAL INHOMOGEITY, Processing of the JSME/ASME 2011 International Conference on Material Processing
- 13) N.J. Wittridge, R.D. Knutsen: A microtexture based analysis of the surface roughening behaviour of an aluminium alloy during tensile deformation, Materials Science and Engineering A269 (1999) 205-216

- 14) 清水 一郎, 奥田 貴雄, 阿部 武治, 谷 英明: 単軸引張り伴う鉄の表面あれ成長と結晶粒の変形, 日本機械学会論文集 (A 編) 66 巻 647 号 (2007-7)
- 15) M.R. Stoudta, L.E. Levinea, A. Creuzigera,b, J.B. Hubbard: The fundamental relationships between grain orientation, deformation-induced surface roughness and strain localization in an aluminum alloy, *Materials Science and Engineering A* 530 (2011) 107–116
- 16) V. Romanovaa, R. Balokhonova, A. Panina, M. Kazachenoka, A. Kozelskayaa: Micro- and mesomechanical aspects of deformation-induced surface roughening in polycrystalline titanium, *Materials Science & Engineering A* 697 (2017) 248–258 Contents
- 17) Dierk Raabe, Michael Sachtleber, Hasso Weiland, Georg Scheele, Zisu Zhao: Grain-scale micromechanics of polycrystal surfaces during plastic straining, *Acta Materialia* 51 (2003) 1539–1560
- 18) D. RAABE, M. SACHTLEBER, Z. ZHAO, F. ROTERS and S. ZAEFFERER: MICROMECHANICAL AND MACROMECHANICAL EFFECTS IN GRAIN SCALE POLYCRYSTAL PLASTICITY EXPERIMENTATION AND SIMULATION, *Acta mater.* 49 (2001) 3433–3441
- 19) F. DELAIRE, J. L. RAPHAEL, C. REY: PLASTIC HETEROGENEITIES OF A COPPER MULTICRYSTAL DEFORMED IN UNIAXIAL TENSION: EXPERIMENTAL STUDY AND FINITE ELEMENT SIMULATIONS, *Acta mater.* 48 (200) 1075-1087
- 20) Nian Zhang, Wei Tong: An experimental study on grain deformation and interactions in an Al-0.5%Mg multicrystal, *International Journal of Plasticity*
- 21) Z. Zhaoa, M. Rameshb, D. Raabe, A.M. Cuitin ~o, R. Radovitzky: Investigation of three-dimensional aspects of grain-scale plastic surface deformation of an aluminum oligocrystal, *International Journal of Plasticity* 24 (2008) 2278–2297
- 22) Xiaogang Wang, Jean-FrançoisWitz, Ahmed El Bartali, ChaoJiang: Infrared thermography coupled with digital image correlation in studying plastic deformation on the mesoscale level, *Optics and Lasersin Engineering* 86 (2016) 64–274
- 23) EBSD 読本, 鈴木 清一, TSL ソリューションズ, 2009, pp.118 – 119
- 24) 渋谷 陽二, 松中 大介, 垂水 竜一: ホールペッチ効果の塑性ひずみ依存性と温度依存性, *Journal of the Society of Materials Science*, Vol. 61, No. 8, pp. 724-729, 2012
- 25) University of Cambridge HP, https://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/slip/which_slip_system.php

謝 辞

本研究を進めるにあたり，ご多忙の中ご指導くださった首都大学東京の笥 幸次教授に感謝申し上げます。

学部 4 年生の時から三年間，本研究に関して多くのアドバイスをいただいた東京大学生産技術研究所の古島 剛准教授に大変感謝申し上げます。古島先生には，国内の学会や国際学会，海外留学などたくさんの学ぶ機会を与えていただきました。研究の考え方や発表技術など多くのことを古島先生から学びました。ありがとうございました。

本論文の副査をしていただいた小林 訓史教授と高橋 智准教授に感謝申し上げます。

実験の相談に乗ってくれたり，ゼミで多くのアドバイスをいただいたりした古島研究室の増田 範通さん，Hejie Li さん，張 自成さん，Pelihua Du 君，Aziz Abudul さん，古澤 周作さんに感謝申し上げます。

共同研究として，面倒を見てくださったニューハンプシャー大学の Yannis P. Korkolis 教授，Paul Knysh 君に感謝申し上げます。

発表や英語表現において，多くのアドバイスをいただいたリサーチアシスタントの郭 妍伶さんに感謝申し上げます。

研究室生活や私生活においてたくさんの相談に乗ってくれて，いつも苦楽を共にしてきた同期の大橋 健史君にあ，佐藤 祥平君，秋野 一輝君にも感謝申し上げます。

研究室生活において，いろいろと話を聞いてくれたり，研究の相談に乗ってくれたりした本講座修士 1 年の平塚 耀君，上垣内 梓さん，磯部 諒也君に感謝申し上げます。

楽しい研究室生活を共に送ってくれた学部 4 年生の長張 俊希君，平井 篤志君，山澤 和輝君，近藤 研志君にも感謝申し上げます。

最後に，大学生活および研究生生活に協力してくださった方々に拙い文章ですが，謝辞とさせていただきます。

質疑応答

小林 訓史教授

1. 表面あれ進展係数 c にシュミット因子分布と結晶粒径分布がそれぞれ影響していることはわかるが、それらが複合的に影響していると言えるのか。

シュミット因子分布と結晶粒径分布は互いに独立した結晶組織学的因子である。したがって、両者は表面あれ進展に同時に影響すると考えられる。また、シュミット因子分布と結晶粒径分布の重回帰分析を行った結果、両者ともに影響因子として有効であることが示されている。そのため、シュミット因子分布と結晶粒径分布が複合的に表面あれ進展係数に影響していると考えている。

2. 重回帰分析でなんとなく複合的に影響していることはわかるが、その複合的なメカニズムはわかっていないのか。

ご指摘のように、シュミット因子分布、結晶粒径分布の個々の影響メカニズムは示したが、複合的なメカニズムは示せていない。今回、代表的な影響因子としてシュミット因子分布と結晶粒径分布を挙げているが、実際には下層結晶粒の影響や隣接結晶粒との方位差なども影響していると考えられる。そのため、さまざまな影響因子が複雑に絡み合っており、現段階では複合的な影響メカニズムまでは解明できていない。アプローチも含め、今後検討が必要である。

3. 表面の凹凸形成メカニズムにおいて、結晶粒のすべり変形と剛体回転と言っているが、それは剛体回転ではなく弾性変形というのは考えられないのか。

今回、弾性変形は考えていない。その理由を以下に示す。

1. 今回の表面あれ観察は、塑性変形中に引張試験を途中止めし除荷した後、観察を行っているため、すでに弾性回復していること。
2. 表面の凹凸スケールは、弾性変形のスケールより大きいこと。
3. 表面粗さが塑性ひずみに対して線形的に増加していること。

以上の理由から、表面の凹凸は結晶粒の弾性変形ではなく塑性変形によるものであると考えている。

4. また、弾性変形ではないからと言って、剛体回転と言ってよいのか。

今回の条件下における結晶粒の塑性変形メカニズムとして、すべり変形、双晶変形、剛体回転の三つが考えられる。すべり変形によって、傾斜した結晶粒はすべり方向と傾斜方向がおおよそ一致しているのに対し、剛体回転したと考えている結晶粒のすべり方向は、傾斜した方向とは異なる。さらに、変形後の結晶組織を解析しても双晶は観察されていない。以上ことから、剛体回転であると考えている。

また、剛体回転かどうか確かめる方法として、三次元のデジタル画像相関法がある。これによって、凹凸形成箇所でひずみが出ていなければ、剛体回転の可能性をより裏付けることができる。

高橋 智准教授

1. 少数結晶試験片を用いた表面の凹凸形成メカニズムの説明において、結晶方位やシュミット因子は考慮しているが、結晶粒径は考慮されていないのではないのか。

ご指摘のように、本研究では結晶方位に依存する因子（すべり系、シュミット因子）のみを考慮したメカニズムを示している。これは、個々の結晶粒の三次元的変形挙動と結晶方位の関係に着目しているためである。第3章で述べた表面あれに及ぼす結晶粒径分布の影響は、表面あれ挙動を巨視的に観察したときに相対的に小さな結晶粒が集団的に変形するというメカニズムを考えてる。そのため、微視的な結晶粒の変形挙動を観察した本実験では、結晶粒径の差の影響メカニズムを示すことはできない。アプローチも含め、今後検討が必要である。

2. 板厚方向に結晶粒が一層の少数結晶試験片を実用に活かすことはできるのか。

少数結晶試験片の表面粗さは、多結晶試験片と同様に塑性ひずみに対して線形的に増加している。また、少数結晶試験片、多結晶試験片ともに微視的に観察した表面の凹凸は結晶粒スケールで生じている。このことから、少数結晶試験片の表面あれメカニズムを多結晶金属に適用できる可能性が高いと考えられる。そのため、少数結晶試験片によって解明したメカニズムを多結晶の解析モデル等に適用し、その信頼性を確かめることによって実用化できると考えられる。

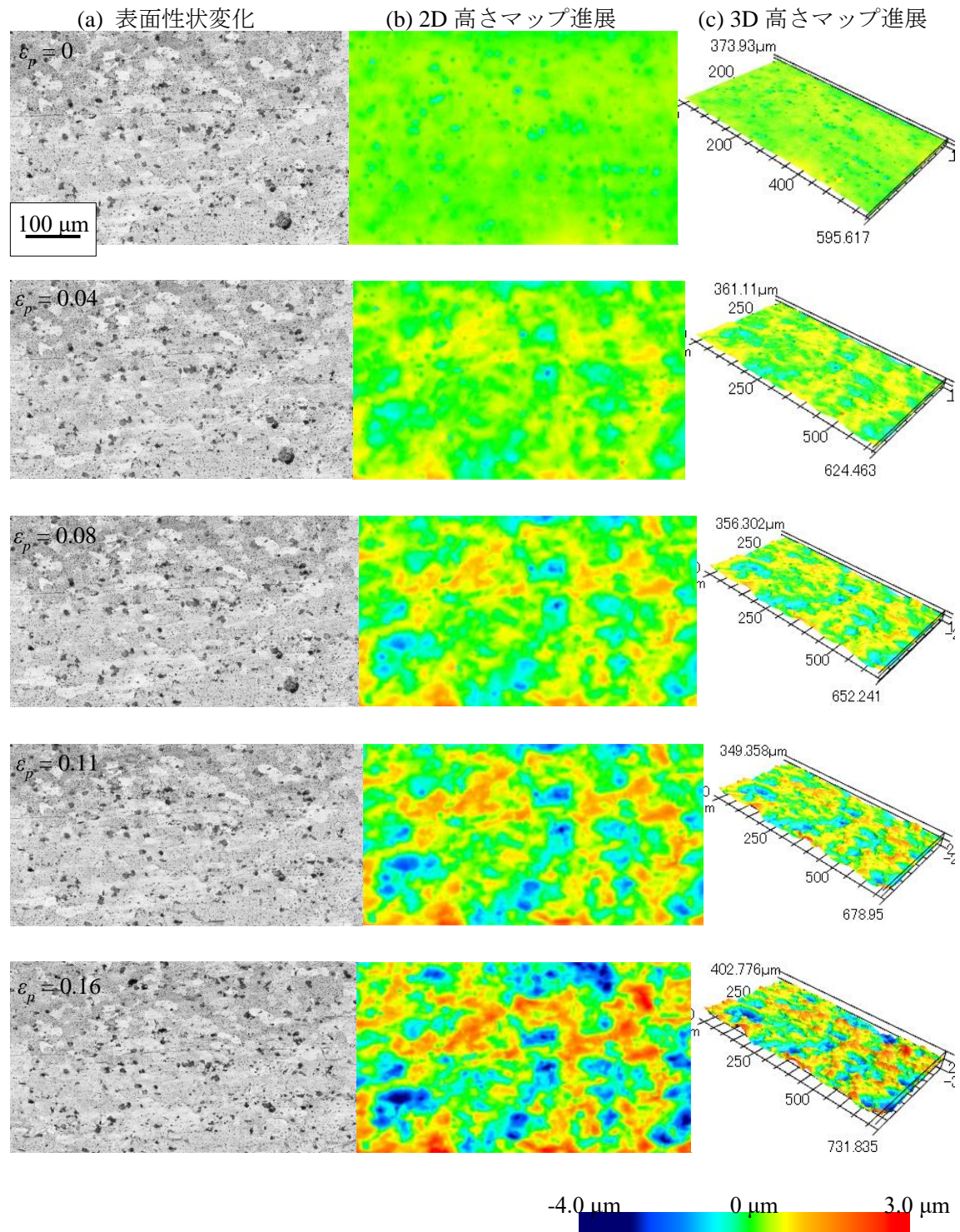
さらに、今後板厚方向の結晶粒を二層、三層、... と増やしていき下層の影響を明確にすることによって、実用化の可能性も高まると考えている。

3. ここで提案されている表面の凹凸形成メカニズムは、高温引張中に粒界すべりによって結晶粒が回転して表面に凹凸ができるメカニズムと同じではないのか。

本実験は室温環境下で行っている。さらに、表面を微視的に観察しても粒界すべりは観察されていない。そのため、高温下における粒界すべりによる表面凹凸形成メカニズムと同じではないと考えている。結晶粒の粒内すべりと剛体回転によって生じた凹凸であると考えている。

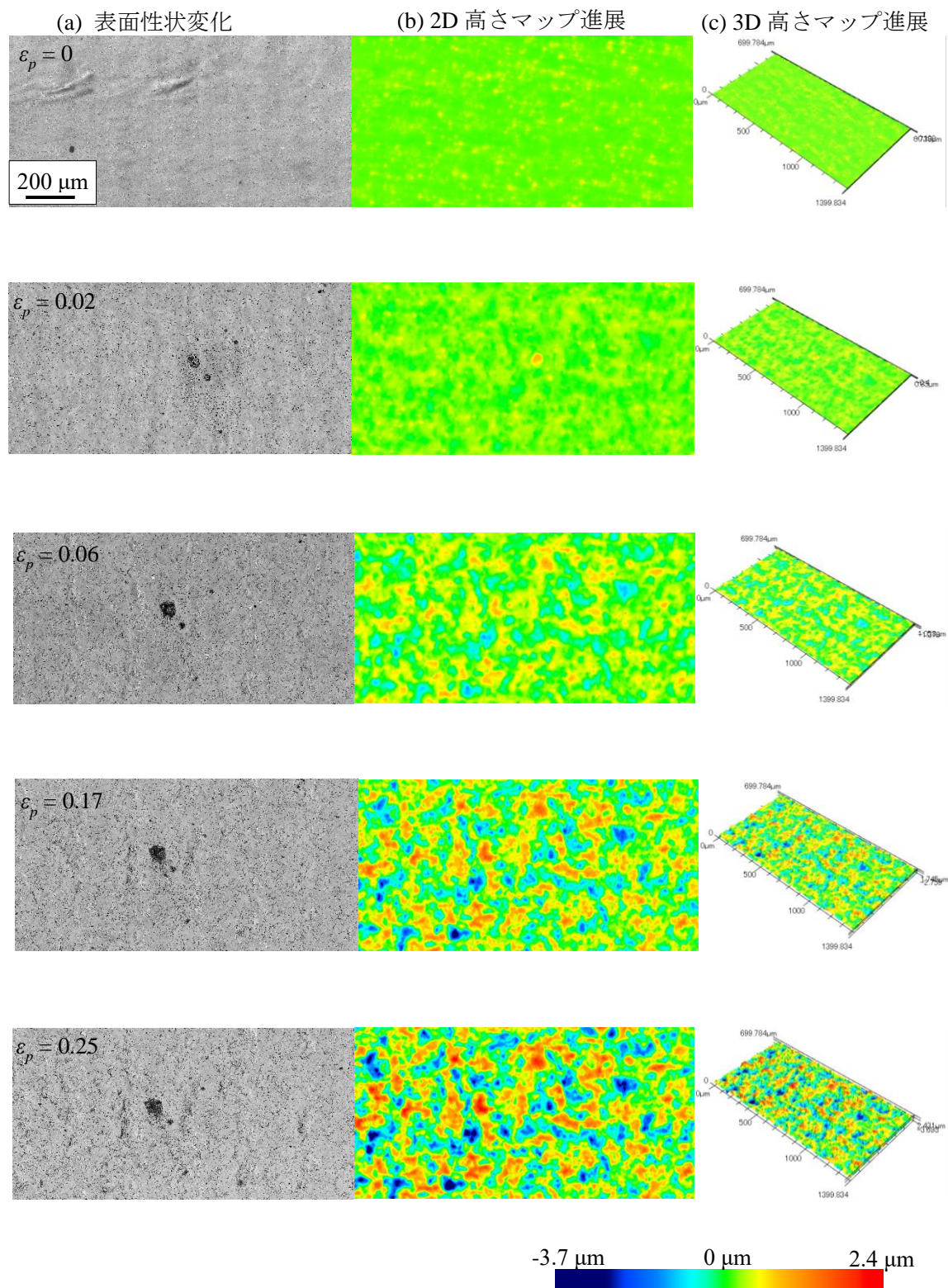
付 録

付 録



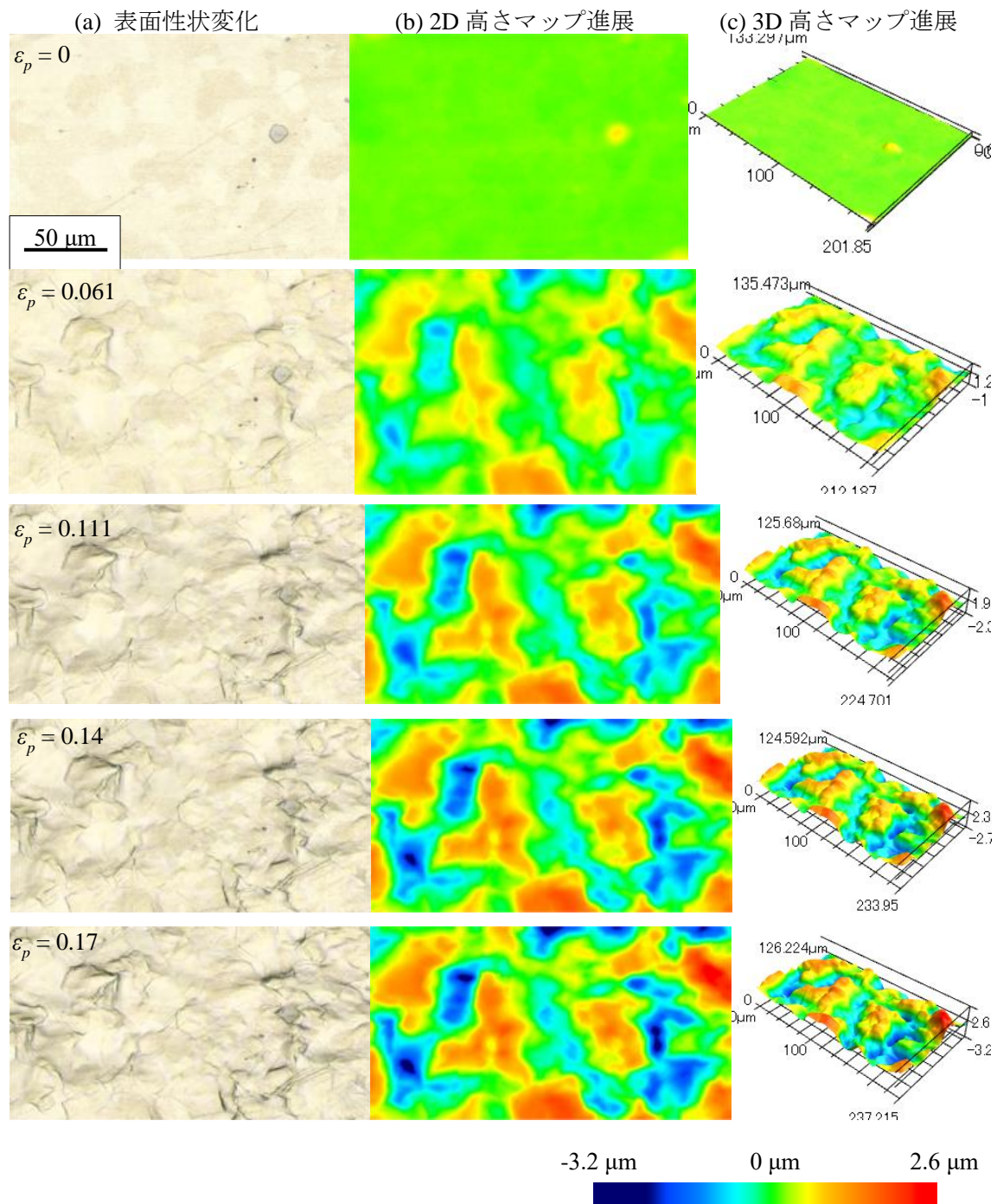
Surface roughening evolution of A2024 (a) Surface texture evolution (b) 2D height map evolution (c) 3D height map evolution

付 録



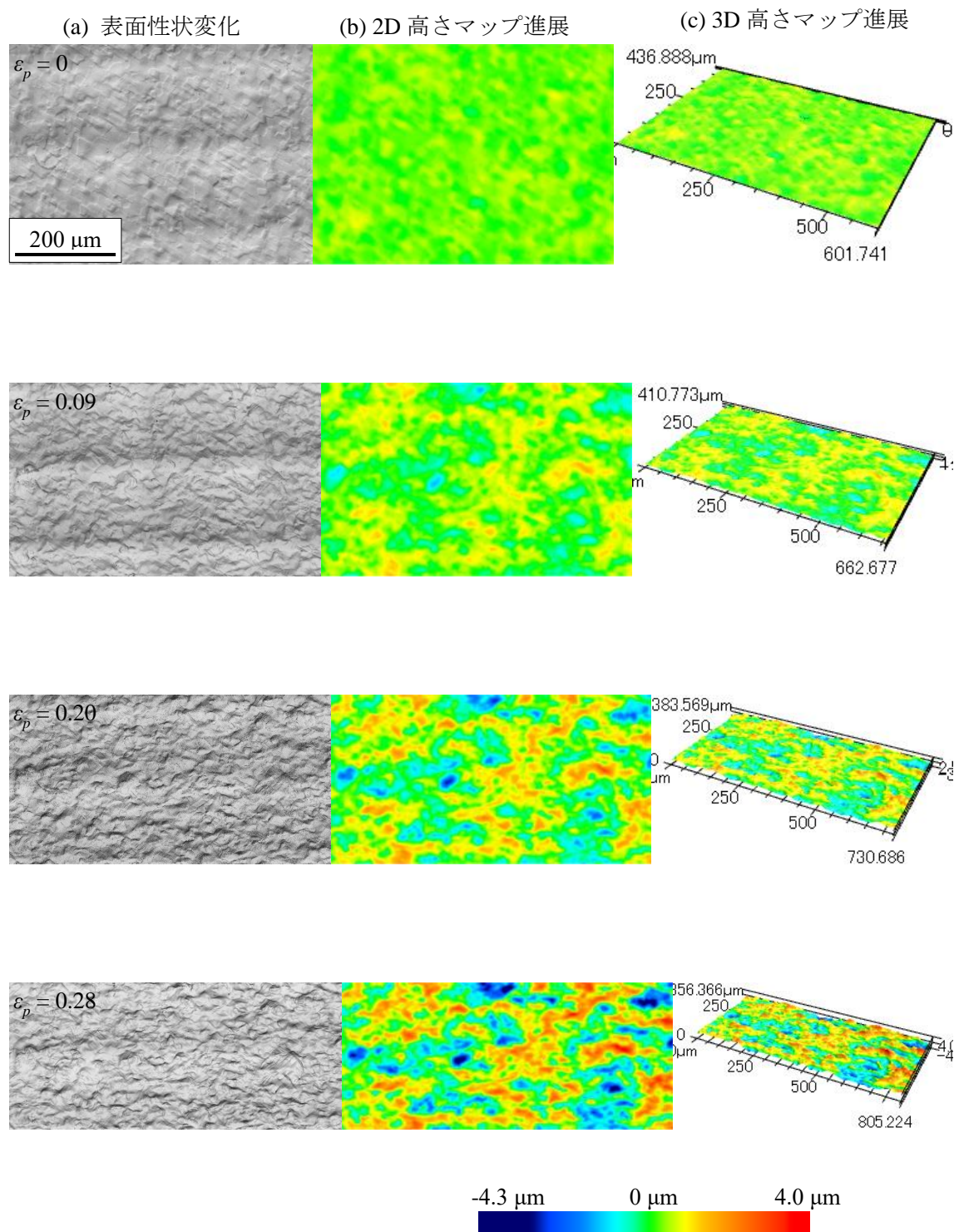
Surface roughening evolution of A1050 (a) Surface texture evolution (b) 2D height map evolution (c) 3D height map evolution

付 録

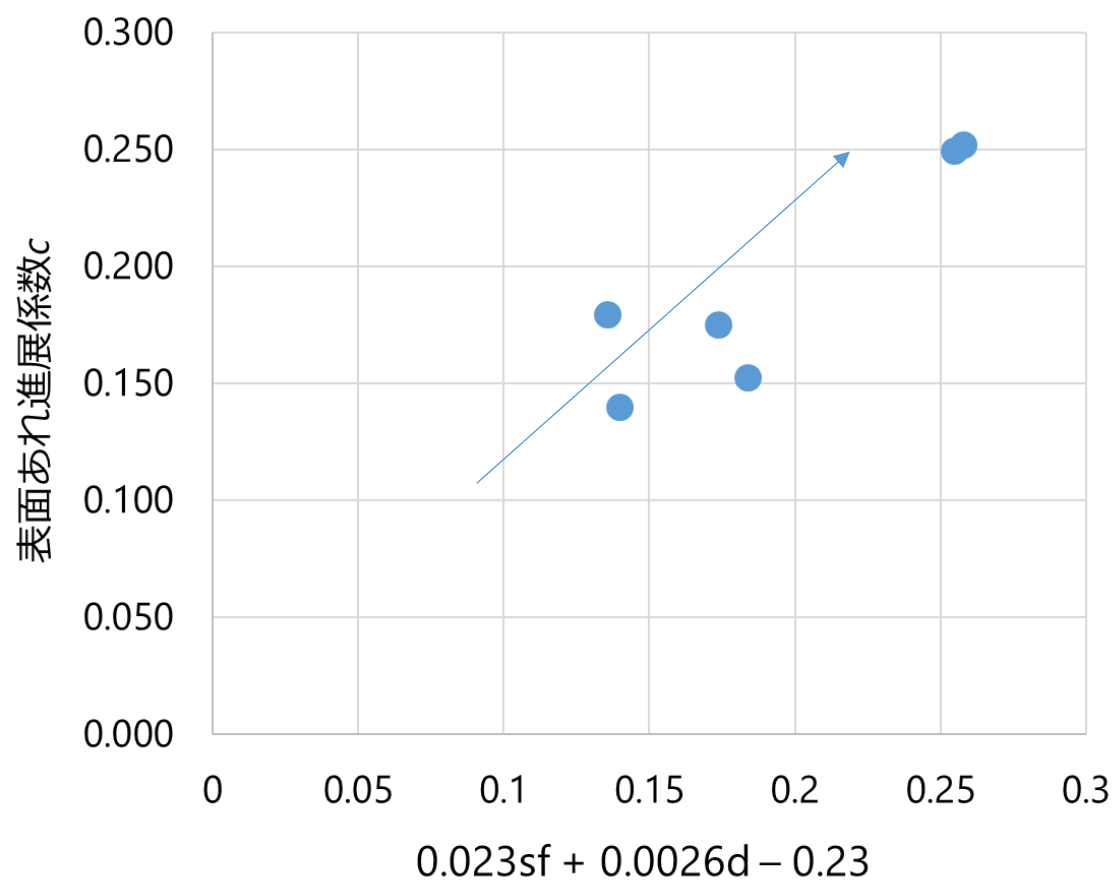


Surface roughening evolution of AZ31 (a) Surface texture evolution (b) 2D height map evolution (c) 3D height map evolution

付 録



Surface roughening evolution of SPCC (a) Surface texture evolution (b) 2D height map evolution (c) 3D height map evolution



Multiple regression analysis of Schmid factor distribution and grain size distribution